

Einsatz metallischer Nanokonen in feldemitterbasierten Vakuumelektronenquellen

Application of Metallic Nanocones in Field Emission-Based Vacuum Electron Sources

Zur Erlangung des akademischen Grades Doktor-Ingenieur (Dr.-Ing.)

Genehmigte Dissertation von Johannes Bieker aus Olpe

Tag der Einreichung: 15.09.2020, Tag der Prüfung: 15.01.2021

1. Gutachten: Prof. Dr.-Ing. Helmut F. Schlaak

2. Gutachten: Prof. Dr. rer. nat. Oliver Boine-Frankenheim

Darmstadt – D 17



TECHNISCHE
UNIVERSITÄT
DARMSTADT

Fachbereich Elektrotechnik
und Informationstechnik

Forschungsgruppe
Mikrotechnik und
Elektromechanische
Systeme

Einsatz metallischer Nanokonen in feldemitterbasierten Vakuumelektronenquellen
Application of Metallic Nanocones in Field Emission-Based Vacuum Electron Sources

Genehmigte Dissertation von Johannes Bieker

1. Gutachten: Prof. Dr.-Ing. Helmut F. Schlaak
2. Gutachten: Prof. Dr. rer. nat. Oliver Boine-Frankenheim

Tag der Einreichung: 15.09.2020

Tag der Prüfung: 15.01.2021

Darmstadt – D 17

Bitte zitieren Sie dieses Dokument als:

URN: urn:nbn:de:tuda-tuprints-175966

URL: <http://tuprints.ulb.tu-darmstadt.de/17596>

Dieses Dokument wird bereitgestellt von tuprints,

E-Publishing-Service der TU Darmstadt

<http://tuprints.ulb.tu-darmstadt.de>

tuprints@ulb.tu-darmstadt.de

Die Veröffentlichung steht unter folgender Creative Commons Lizenz:

Namensnennung – Weitergabe unter gleichen Bedingungen 4.0 International

<https://creativecommons.org/licenses/by-sa/4.0/>

Erklärungen laut Promotionsordnung

§8 Abs. 1 lit. c PromO

Ich versichere hiermit, dass die elektronische Version meiner Dissertation mit der schriftlichen Version übereinstimmt.

§8 Abs. 1 lit. d PromO

Ich versichere hiermit, dass zu einem vorherigen Zeitpunkt noch keine Promotion versucht wurde. In diesem Fall sind nähere Angaben über Zeitpunkt, Hochschule, Dissertationsthema und Ergebnis dieses Versuchs mitzuteilen.

§9 Abs. 1 PromO

Ich versichere hiermit, dass die vorliegende Dissertation selbstständig und nur unter Verwendung der angegebenen Quellen verfasst wurde.

§9 Abs. 2 PromO

Die Arbeit hat bisher noch nicht zu Prüfungszwecken gedient.

Darmstadt, 15.09.2020

Johannes Bieker

Vorwort und Danksagung

Die vorliegende Arbeit entstand im Rahmen meiner Tätigkeit als Wissenschaftlicher Mitarbeiter an der Technischen Universität Darmstadt in dem Kooperationsprojekt mit dem GSI Helmholtzzentrum für Schwerionenforschung (Entwicklungsprojekt 500475) und dem durch das Bundesministerium für Bildung und Forschung (BMBF) geförderten Verbundforschungsprojekt DIAGNOSE (Projektnr. 05P18RDRB1).

Viele Ergebnisse in der Forschung entstehen nur dank gegenseitiger Unterstützung und Kooperationen. Ich hatte das Glück, dass ich während meiner Promotion viele erfahrene und geschätzte Menschen kennenlernen durfte, die mir immer wieder weitergeholfen haben. Einigen möchte ich an dieser Stelle persönlich meinen Dank aussprechen.

Ich danke zuallererst Herrn Prof. Dr. Helmut F. Schlaak als Doktorvater für das Ermöglichen und Begleiten der Promotion am Fachbereich Elektrotechnik und Informationstechnik. Er war dabei für mich ständiger Ansprechpartner und Förderer sowohl in der Forschung als auch bei der Tätigkeit in der Lehre und stellte mir den angemessenen Freiraum zur persönlichen Weiterentwicklung bereit.

Weiterhin danke ich Herrn Prof. Dr. Oliver Boine-Frankenheim für die langjährige Unterstützung meines Forschungsprojektes, insbesondere im Rahmen der Mittelakquise für die Kooperation mit der GSI, und für die Begutachtung meiner Dissertation als Koreferent.

In diesem Zuge danke ich Herrn Prof. Thomas Burg, Ph.D. und meinen Kolleginnen und Kollegen von den Fachgebieten IMNS und M+EMS, die jederzeit ein offenes Ohr hatten, wenn es der Baulärm am Hans-Busch-Institut zuließ, und mir mit Rat zur Seite standen. Besonderer Dank gilt Florian Klug und Christian Nakić für die gegenseitige Unterstützung in den überlebensnotwendigen Kaffeepausen.

Dr. Stefan Wilfert vom GSI Helmholtzzentrum danke ich sehr für die Betreuung im Kooperationsprojekt und die vielen lehrreichen und anspruchsvollen Gespräche über Feldemitter und Vakuummesstechnik.

Von der Ostbayerischen Technischen Hochschule Regensburg danke ich besonders Herrn Prof. Dr. Rupert Schreiner, Christoph Langer, Robert Ławrowski und Matthias Hausladen, die mir die Feldemissionsmessungen ermöglichten und immer wieder in Regensburg herzlich willkommen hießen. Der gemeinsame Besuch der International Vacuum Nanoelectronics Conference und der dort stattfindende wissenschaftliche Austausch war jedes Mal eine Reise wert.

Weiterer Dank gebührt Dr. Richard Forbes, welcher mich bei der Modellierung der zufällig verteilten Emitter auf den richtigen Weg brachte, und wertvolle Anregungen zur Veröffentlichung beitrug. Dr. Torsten Abel, Tina Ebert und Dr. Gabriel Schaumann vom IKP danke ich für die zahlreichen anregenden Gespräche und ihre Unterstützung bei der Überwindung vieler Hürden auf dem Weg zu Feldemitter-Elektronenquellen. Den Kolleginnen und Kollegen von der etit Feinmechanik-Werkstatt danke ich für die Fertigung entscheidender Teile meiner Messaufbauten. Dr. Sebastian Quednau, Farough Roustae und Florian Weißenborn von der NanoWired GmbH danke ich für die Unterstützung bei der Verbesserung des Herstellungsprozesses der Nanokonen.

Zudem danke ich allen Studierenden, die mich und meine Forschung im Rahmen von Abschlussarbeiten und Projektseminaren unterstützt haben, für ihre fleißige Hilfe, namentlich Fabian Bauer, Benjamin Christa, Nils Demuth, Masih Fahim, Niko Faul und Jonathan Oberthür.

Ich danke auch meiner Familie und meinen Freunden für die moralische Unterstützung, besonders meiner Schwester Adeline.

Das letzte Wort und unendlichen Dank richte ich an Tina Ebert, welche diese Arbeit im Großteil Korrektur gelesen hat und ohne deren unermüdliche Hilfe diese Dissertation niemals ihre schlussendliche Form angenommen hätte.

Darmstadt, September 2020

Johannes Bieker

Zusammenfassung

In dieser Arbeit wurden metallische Nanokonen hinsichtlich ihrer Tauglichkeit für den Einsatz als Feldemitter in Vakuumelektronenquellen untersucht. Im Fokus standen die Optimierung des Herstellungsprozesses, die Modellierung des Emissionsstroms für verschiedene Emittierkonfigurationen sowie die experimentelle Untersuchung der angefertigten Elektronenquellen.

Das Herstellungsverfahren der metallischen Nanokonen beruht auf der galvanischen Abscheidung von Metall in ionenspur-geätzten Polymermembranen. Dazu werden Polycarbonatfolien, welche zuvor mit schweren Ionen beschossen wurden, asymmetrisch entlang der Ionenspuren geätzt, sodass konische Poren mit einer zufälligen räumlichen Verteilung entstehen. Nach eingehender Betrachtung der Einflüsse der Ätzprozessparameter wurde in dieser Arbeit eine teilautomatisierte Ätzanlage entwickelt, welche die Fertigung von hinreichend großen Polymermembranen für eine Prozessierung auf üblichen 100 mm-Wafern ermöglicht. Da die verwendeten Polycarbonatmembranen eine geringe Hydrophilität und damit niedrige Benetzbarkeit durch den zur galvanischen Abscheidung verwendeten Elektrolyten aufweisen, wird eine Aktivierung der Folien durch ein Sauerstoffplasma in den Prozess vorgenommen. Nachfolgend werden mithilfe der präparierten Membranen und einer Mikrogalvanikanlage Gold galvanisch in die Poren abgeschieden und so Nanokonen auf mit Gold bedampften Glaswafern aufgebracht. Mit den verwendeten Polymermembranen ergeben sich Konen mit einer Höhe von 24 μm und Basisdurchmessern von circa 3 μm . Die Spitzendurchmesser der Konen liegen im Submikro- bzw. Nanometerbereich.

Zur Optimierung einer Vakuumelektronenquelle sind Modellierungen sowohl der Feldemitter auf der Kathode als auch des zur Elektronenextraktion benötigten Gitters durchgeführt worden. Da in der Literatur zuvor nur unvollständige Modelle von zufällig verteilten Emittiern vorhanden waren, wurde ein auf Simulationen mit Finite-Elemente-Methoden (FEM) basierendes elektrostatisches Modell entwickelt. Mit diesem kann der Gesamtemissionsstrom eines großflächigen Feldemitterarrays vorhergesagt und die optimale Emittierdichte in Abhängigkeit von der Emittiergeometrie ermittelt werden. Für die gewählte Konengeometrie ergeben sich je nach angelegtem elektrischen Feld eine optimale Emittierdichte von 1 bis $2 \cdot 10^4$ Emittier/ cm^2 . Außerdem wurden die durch das Extraktionsgitter erzeugten elektrostatischen Felder ebenfalls mittels FEM-Simulationen hinsichtlich auftretender Feldschwankungen untersucht, da diese die Stromemission der Konen zusätzlich maßgeblich beeinflussen können. Aus den Simulationen konnte eine Abschätzungsformel abgeleitet werden, welche die Gittergrößen in Abhängigkeit von der Emittierhöhe vorgibt, so dass die Feldinhomogenitäten als vernachlässigbar anzusehen sind.

Desweiteren wurden ausführliche Feldemissionsmessungen an Kathoden mit metallischen Nanokonen durchgeführt. Dafür wurden Kathoden mit Konen ähnlicher Geometrie, aber mit drei verschiedenen nominalen Emittierdichten untersucht. Mit einem charakteristischen Feldverstärkungsfaktor von ungefähr 1160 zeigte eine Kathode mit einer Emittierdichte von $4 \cdot 10^5$ Emittier/ cm^2 die besten Feldemissionseigenschaften. In Stromstabilitätsuntersuchungen bei Raumtemperatur und im Ultrahochvakuum von 10^{-9} mbar konnte mit dieser Kathode ein maximaler Kathodenemissionsstrom von 142 μA bei einer Extraktionsspannung von 339 V erreicht werden. Sowohl Kathoden mit einer niedrigeren Emittierdichte von $6 \cdot 10^4$ Emittier/ cm^2 als

auch mit einer höheren Emittendichte von $1 \cdot 10^6$ Emitter/cm² produzierten geringere Emissionsströme. Bei Emissionsströmen oberhalb von 100 µA war ein Absinken des Stromes messbar, welches auf eine Degradation der Emitterspitzen durch ionisierte Restgasteilchen zurückzuführen ist. Ein geringerer Emissionsstrom von $(31,0 \pm 1,3)$ µA konnte im Gegensatz dazu stabil über eine Dauer von 50 h gemessen werden. Eine Diskrepanz zwischen der durch die Modellierung der Emitter vorhergesagten optimalen Emittendichte von circa $1 \cdot 10^4$ Emitter/cm² und den Untersuchungen lässt sich durch eine hohe Zahl an Defekten, wie beispielsweise nicht vollständig gewachsenen Konen, und den unterschiedlich großen Emitterspitzen der vermessenen Kathoden erklären.

Auf diesen Messungen aufbauend wurden miniaturisierte Vakuumelektronenquellen angefertigt, welche an den Bauraum eines Ionisationsmanometer vom Typ Leybold IE514 angepasst waren. Nach einer Verbesserung des Herstellungsprozesses hinsichtlich der Homogenität des Konenwachstums wurden dazu Kathoden mit einer nominalen Emittendichte von $1 \cdot 10^5$ Emitter/cm² produziert. Diese wurden zusammen mit einem aus Mica-Plättchen gefertigten Abstandshalter und einem als Extraktionsgitter dienenden Wolfram-Gewebe über eine Schraubverbindung kraftschlüssig montiert. Bei nachfolgenden Feldemissionsmessungen zeigte sich, dass das Wolfram-Gewebe trotz seiner hohen optischen Transparenz ungeeignet ist. Um die geforderten Emissionsströme zu erreichen, sind Gitter mit kleineren Gittergeometrien im niedrigen µm-Bereich notwendig. Zudem wurde deutlich, dass eine µm-genaue Positionierung des Extraktionsgitters möglichst nah an den Feldemittern bei gleichzeitiger Berücksichtigung der durch das Gitter erzeugten Feldschwankungen erforderlich ist. Mit Gittern bestehend aus einer mikrotechnisch gefertigten, metallisierten Siliziumnitridmembran wurden überarbeitete Vakuumelektronenquellen montiert und vermessen. Dabei zeigten sich deutliche Verbesserungen in den Feldemissionseigenschaften. Aufgrund von Kurzschlüssen zwischen Kathode und Gitter konnten keine weiteren Stromstabilitätsmessungen durchgeführt werden. Jedoch wird das weitere Optimierungspotential der Vakuumelektronenquellen aufgezeigt.

Die vorliegende Arbeit zeigt die generelle Eignung von metallischen Nanokonen als Feldemitter in Vakuumelektronenquellen. Sie bildet die Grundlagen für die weitere Fertigung von Vakuumelektronenquellen, welche die Anforderungen hinsichtlich der zu erreichenden Emissionsströme und deren Stabilität für den Einsatz in Ionisationsmanometern erfüllen können.

Abstract

In this work, metallic nanocones were examined with regard to their suitability for use as field emitters in vacuum electron sources. The focus was on the optimization of the manufacturing process, the modeling of the emission current for different emitter configurations as well as the experimental investigation of the manufactured electron sources.

The manufacturing of the metallic nanocones is based on a process for the electrodeposition of metal in ion track-etched polymer membranes. For this purpose, polycarbonate films, which were previously bombarded with heavy ions and thus show a higher etch rate along the ion tracks, were asymmetrically etched to create conical pores with a random spatial distribution. After an in-depth consideration of the process parameters' influence, a new etching system was developed. This system enables the production of sufficiently large polymer membranes that can be used for the integration of nanocones on usual 100 mm-wafer. Since the polycarbonate membranes use to have a low hydrophilicity and thus a low wettability by the electrolyte in the following electrodeposition, an surface activation of the membranes by an oxygen plasma was added to the process. With a micro-electroplating system and the prepared membranes gold was deposited in the pores, applying nanocones to gilded glass wafers in this way. The polycarbonate membranes used result in cones with a height of 24 μm and a base diameter of about 3 μm . The tip diameter of the cones is in the submicron or nanometer range.

To optimize the vacuum electron source, both the field emitter on the cathode and the grid required for electron extraction have been modeled. Since in the literature only inadequate models of randomly distributed emitters were available up to now, an electrostatic model based on simulations with finite element methods (FEM) was developed. This model enables the prediction of the total emission current of a large-area field emitter array and, thus, the derivation of an optimal emitter density depending on the emitter geometry and the applied electric field. For the selected cone geometry an optimal emitter density in the range of 1 to 2 $\cdot 10^4$ Emitter/ cm^2 resulted. In addition, the electrostatic fields generated by the extraction grid were also examined by means of FEM simulations with regard to the field fluctuations, as these can significantly influence the current emission of the cones. From this, a rough empirical formula has been derived to predict how to choose the grid geometry in dependence of the emitters' height for the field inhomogeneities to be neglectable.

Furthermore, extensive field emission measurements were carried out on cathodes with metallic nanocones. Cathodes with cones of similar geometry, but with three different nominal emitter densities were investigated. With a characteristic field enhancement factor of approximately 1160, a cathode with an emitter density of 4 $\cdot 10^5$ Emitter/ cm^2 exhibited supreme field emission properties. Current stability studies were performed at room temperature and in an ultra-high vacuum of 10^{-9} mbar. A maximum cathode emission current of 142 μA at an extraction voltage of 339 V was achieved. Such currents were not obtained using cathodes with a lower emitter density of 6 $\cdot 10^4$ Emitter/ cm^2 or a higher emitter density of 1 $\cdot 10^6$ Emitter/ cm^2 . However, with emission currents above 100 μA a decrease of the current was found, which can be explained with the degradation of the emitter tips by the sputtering of ionized residual gas particles. Nevertheless, a

stable emission current of $(31,0 \pm 1,3) \mu\text{A}$ was measured over a period of 50 h. A discrepancy between the optimal emitter density of approximately $1 \cdot 10^4$ Emitter/ cm^2 predicted by the modeling of the emitters and the experimental investigations can be explained by a high number of defects, such as cones that have not grown completely, and the non-equal emitter tip radii of the cathodes.

Based on these measurements, miniaturized vacuum electron sources were made, which were adapted to the installation space on a Leybold IE514 ionization manometer. For this purpose, cathodes with a nominal emitter density of $1 \cdot 10^5$ Emitter/ cm^2 were produced after an improvement in the manufacturing process with regard to the homogeneity of the cone growth. Via a screw connection, these were frictionally mounted together with a spacer made of a structured mica plate and a tungsten fabric serving as an extraction grid. Subsequent field emission measurements showed that the tungsten fabric is unsuitable despite its high optical transparency. In order to achieve the required emission currents, grids with smaller grid geometries in the lower μm -range are necessary. It also became clear that it is necessary to position the extraction grid as close as possible to the field emitters while taking into account the field fluctuations generated by the grid. Revised vacuum electron sources were mounted and measured with grids consisting of a microtechnically manufactured, metallized silicon nitride membrane. This showed clear improvements in the field emission properties. However, due to short circuits between the cathode and grid, no further current stability measurements could be carried out. In the final discussion further optimization potential of the vacuum electron sources is shown.

Overall, the present work proves the general suitability of metallic nanocones for use as field emitters in vacuum electron sources. It forms the basis for the further production of vacuum electron sources, which can meet the requirements for the use in an ionization manometer with regard to the emission current's amount and stability to be achieved.

Inhaltsverzeichnis

Abkürzungsverzeichnis	1
Symbolverzeichnis	3
1. Einleitung und Motivation der Arbeit	7
2. Theoretische Grundlagen der Feldemission	11
2.1. Druckmessung im Ultrahochvakuum basierend auf Restgasionisation	11
2.2. Theorie der Feldemission	12
2.2.1. Quantenmechanische Beschreibung des Tunneleffekts	13
2.2.2. Feldinduzierte Elektronenemission an metallischen Oberflächen	14
2.2.3. Feldemissionsgleichungen für einzelne Emitter	17
2.2.4. Feldemissionsgleichung für großflächige Feldemitter-Arrays	19
2.3. Feldverstärkung an Nanostrukturen	22
2.3.1. Modellierung der Emittergeometrie	22
2.3.2. Abhängigkeit vom Abstand der Elektroden	22
2.3.3. Modellierung gegenseitiger Beeinflussung der Emitter im Array	25
2.4. Weitere für die Feldemission relevante Effekte	26
2.5. Datenanalyse von Feldemissionsmessungen	27
2.5.1. Fowler-Nordheim-Plots	27
2.5.2. Murphy-Good-Plots	28
3. Stand der Forschung und Technik im Bereich der Feldemitter-basierten Vakuumelektronenquellen	29
3.1. Übersicht über Ionisationsmanometer für den UHV-Bereich	29
3.2. Anforderungen an Feldemitter für den Einsatz als Vakuumelektronenquellen in Ionisationsmanometern	31
3.3. Übersicht über bisher erforschte Feldemitter	33
3.3.1. Einzelemitter	34
3.3.2. Spindt-Arrays und Spindt-ähnliche Feldemitterarrays	35
3.3.3. Großflächige Feldemitterarrays	36
4. Herstellungsprozess von metallischen Nanokonzen	43
4.1. Herstellung von Polymermembranen mit konischen Poren	43
4.1.1. Chemische Beschreibung des Ätzzvorgangs	46
4.1.2. Einfluss der Ätzparameter	47
4.1.3. Entwicklung und Inbetriebnahme einer teilautomatisierten Ätzzelle zur Herstellung von Polymermembranen mit konischen Poren	52
4.2. Verbesserung der Benetzbarkeit der Polycarbonatmembranen	58

4.3. Galvanische Herstellung metallischer Nanokonen	60
4.3.1. Grundlagen des elektrochemischen Galvanisierens	61
4.3.2. Galvanische Abscheidung in Mikro- und Nanoporen	63
4.3.3. Vorstellung des photolithographischen Prozesses zur Herstellung von FE-Kathoden	65
4.3.4. Typische Defekte bei der galvanischen Abscheidung in Polymermembranen	66
5. Modellierung und simulationsbasierte Optimierung der Vakuumelektronenquelle	69
5.1. Optimierung der Emittendichte	69
5.1.1. Bestehende Modelle geordneter Feldemitterarrays	70
5.1.2. Bestehende Modelle ungeordneter Feldemitterarrays	72
5.1.3. Entwicklung eines simulationsbasierten Modells ungeordneter Feldemitterarrays	72
5.1.4. Festlegung der Simulationsanordnung	74
5.1.5. Bestimmung des mittleren Abstands mittels Poisson-Punktprozess-Theorie	77
5.1.6. Fit des Feldverstärkungsfaktors und des Emissionsstromes	79
5.1.7. Berechnung der makroskopischen Emissionstromdichte	81
5.1.8. Diskussion des FEM-Modells für zufällig verteilte Emittierarrays	81
5.2. Optimierung des Extraktionsgitters	83
6. Aufbau und Vermessung von Vakuumelektronenquellen mit metallischen Nanokonen	91
6.1. Experimenteller Aufbau zur Feldemissionsmessung	91
6.2. Feldemissionsmessungen von metallischen Nanokonen	93
6.3. Fertigung und Charakterisierung von Vakuumelektronenquellen mit metallischen Nanokonen	98
6.3.1. Vakuumelektronenquellen mit Wolfram-Gewebe	101
6.3.2. Vakuumelektronenquellen mit Siliziumnitrid-Gittern	105
7. Fazit und weiterführende Forschungsfragen	109
Literaturverzeichnis	113
A. Anhang	131
A.1. Herleitung des Murphy-Good-Plots	131
A.2. FEM-Simulationen der Temperaturverteilung in der Ätzzelle	133
A.3. Foto der Ätzzelle im geschlossenen Zustand	135
A.4. Ausführliches Prozessprotokoll	136
A.5. Modellierung eines Arrays basierend auf der Beeinflussung nächster Nachbarn	142
A.6. Ansatz zur Bestimmung des exakten mittleren spacings innerhalb eines Emittierarrays	146
A.7. Transparenzberechnung für verschiedene Gittertypen	150
A.8. Auslegung und Fertigung von Extraktionsgittern	152
A.8.1. Laserschweißen von TEM-Netzchen	152
A.8.2. Auslegung von Silizium-basierten Extraktionsgittern	152
A.9. Messung der Dickenverteilung von Mica-Plättchen	156
A.10. Konische Kunst	158

Abkürzungsverzeichnis

Abkürzung	Bedeutung	Seite*
AAO	anodisches Aluminiumoxid	41
CNTs	Carbon nanotubes	38
CVD	chemical vapor deposition	38
DLW	Direct Laser Writing	105
EDS	elektrolytische Doppelschicht	61
FAIR	Facility for Antiproton and Ion Research	7
FE-Gleichung	Feldemissionsgleichung	15
FEA	field emitter array	36
FEDs	Feldemitter-Displays	35
FEF	field enhancement factor	94
FEM	Finite-Elemente-Methoden	22
FN-Konstanten	Fowler-Nordheim-Konstanten	17
FN-Plots	Fowler-Nordheim-Plots	27
IKP	Institut für Kern- und Plasmaphysik an der Technischen Universität Darmstadt	105
IM	Ionisationsmanometer	29
LAFE	large-area field emitter	19
M+EMS	Fachgebiet Mikrotechnik und Elektromechanische Systeme	41
MG-Plots	Murphy-Good-Plots	28
MWNTs	Multi-Wall CNTs	38
NDS	Nernstsche Diffusionsschicht	61
OTH Regensburg	Ostbayerischen Technischen Hochschule Regensburg	91
PC	Polycarbonat	43
PECVD	plasma-unterstützte chemische Gasphasenabscheidung	39
PET	Polyethylenterephthalat	43
PP	Polypropylen	65
PPPT	Poisson-Punktprozess-Theorie	77
PTFE, Teflon	Polytetrafluorethylen	59
PVP	Polyvinylpyrrolidon	59
REM	Rasterelektronenmikroskop	45
RIE	Reactive Ion Etching	40
SIS100	Schwerionensynchrotron, Teil des FAIR	7
SN barrier function	„principal Schottky-Nordheim barrier function“	16
SN-Barriere	Schottky-Nordheim-Barriere	15
SWNTs	Single-Wall CNTs	38

Abkürzung	Bedeutung	Seite*
TEM	Transmissionselektronenmikroskopie	60
UHV	Ultrahochvakuum	11
VLS	Vapor-Liquid-Solid Methode	40
WKB-Näherung	Wentzel-Kramers-Brillouin-Näherung	13
XHV	Extremhochvakuum	11

*Erstnennung

Symbolverzeichnis

Symbol	Bedeutung	Einheit
A_{ges}	Gesamtoberfläche eines Emitterarrays	m^2
A_{M}	Grundfläche eines Emitterarrays (footprint)	m^2
A_{n}	fiktive, mittlere Emissionsfläche	m^2
A_{W}	Amplitude der Wellenfunktion	
D	Tunnelwahrscheinlichkeit	
E_{a}	elektrisches Feld an der Emitterspitze	V m^{-1}
E_{C}	charakteristisches elektrisches Feld	V m^{-1}
E_{g}	Gap-Feldstärke	V m^{-1}
E_{L}	lokales elektrisches Feld	V m^{-1}
E_{M}	makroskopisches elektrisches Feld	V m^{-1}
E_{on}	onset field	V m^{-1}
I	Strom	A
I_{A}	Anodenstrom	A
I_{C}	Kathodenstrom	A
I_{E}	Elektronenstrom	A
I_{G}	Gitterstrom	A
I_{Ion}	Ionenstrom	A
j_{a}	Spitzenstromdichte	A m^{-2}
$N(W, T)$	Elektronenzahl	
N_{E}	Gesamtanzahl der Emitter im Array	
N_{Ion}	Anzahl der Restgasionen	
$P(W, T)$	Energieverteilung	
R_{S}	in Serie geschalteter Vorwiderstand	Ω
S	Vakuummeterkonstante	mbar^{-1}
T	Temperatur	K, °C
U	Spannung	V
U_{CG}	Spannung zwischen Gitter und FE-Kathode	V
V	quantenmechanisches Potential	
W	Energie	J, eV
a	Fitparameter	
a_{FN}	1. Fowler-Nordheim-Konstante	$1,541 \cdot 10^{-6} \text{ A} \cdot \text{eV/V}^2$
b_{FN}	2. Fowler-Nordheim-Konstante	$6,830 \cdot 10^9 \text{ V/m}/\sqrt{(\text{eV})^3}$
c	Fitparameter	
c_{S}	Schottky-Konstante	$1,200 \text{ eV} \cdot \sqrt{\text{nm/V}}$
d_{G}	Gitterperiodizität bzw. -konstante	m
d_{g}	Gap-Abstand	m

Symbol	Bedeutung	Einheit
d_{CE}	Abstand zw. Kathode und Gegenelektrode	m
d_{W}	Gitterstegbreite	m
e	Elementarladung	$1,602 \cdot 10^{-19} \text{ C}$
f	skaliertes Feld, gemäß Glg. (2.16)	
$g(E_{\text{a}})$	Geometriefaktor	
h	Emitterhöhe	m
i_{M}	makroskopischer Emissionsstrom	A
i_1	Emissionsstrom eines einzelnen Emitters im LAFE	A
\bar{i}_{ref}	mittlerer Emissionsstrom des Referenzemitters	A
\bar{i}_{rel}	relativer Emissionsstrom	
j	imaginäre Einheit	
j_{C}	charakteristische Emissionsstromdichte	A m^{-2}
j_{L}	lokale Emissionsstromdichte	A m^{-2}
j_{M}	makroskopische Emissionsstromdichte	A m^{-2}
k	Wellenzahl	m^{-1}
k_{B}	Boltzmann-Konstante	$5,670 \cdot 10^{-8} \text{ W/m}^2/\text{K}^4$
l	mittlere freie Weglänge	m
m	Masse	kg
m_{e}	Elektronenmasse	$9,109 \cdot 10^{-31} \text{ kg}$
n	Teilchendichte	m^{-3}
p	Druck	Pa, mbar
r_{a}	Emitterspitzenradius	m
r_{b}	Emitterbasisradius	m
$r_{\text{FN,fit}}$	Ordinatenabschnitt im FN-Plot	
r_{i}	Radius, Zufallsvariable	m
$r_{\text{MG,fit}}$	Ordinatenabschnitt im MG-Plot	
r_{SIM}	Radius des zylindrischen Simulationsraumes	
s	spacing	
\bar{s}	mittleres spacing	
$s_{\text{FN,fit}}$	Steigung im FN-Plot	
s_{mean}	Erwartungswert des spacings gemäß PPPT	
$s_{\text{MG,fit}}$	Steigung im MG-Plot	
s_{opt}	optimiertes spacing	
t	Zeit	s, min, h
$t^{-2}(y)$	FE-Korrekturfaktor	
u_{M}	makroskopisch angelegte Spannung	V
v	Aspektverhältnis	
v_{b}	Bulk-Ätzrate	m s^{-1}
v_{e}	Ätzrate	m s^{-1}
v_{r}	radiale Ätzrate	m s^{-1}
v_{t}	Ionenspur-Ätzrate	m s^{-1}
w	Welligkeit des elektrischen Feldes, gemäß Glg. (5.25)	
x	Aufenthaltort eines Teilchens	
α	Öffnungswinkel	°
α_{M}	Effizienz der Emission	
χ_{C}	voltage conversion length	

Symbol	Bedeutung	Einheit
Δ	Laplace-Operator	
ϵ	Faktor der Ellipsität nach Langer	
ϵ_0	elektrische Feldkonstante	$8,854 \cdot 10^{-12} \text{ A} \cdot \text{s/V/m}$
η	Parameter gemäß Glg. (5.16)	
γ	Feldverstärkungsfaktor	
γ_C	charakteristischer Feldverstärkungsfaktor	
γ_1	Feldverstärkungsfaktor eine einzelnen, isoliert vom Array betrachteten Emitters	
$\bar{\gamma}_{\text{ref}}$	mittlerer Feldverstärkungsfaktor des Referenzemitters	
\hbar	reduziertes Plancksches Wirkungsquantum	$1,054 \cdot 10^{-34} \text{ J s}$
κ	Korrekturfaktor im MG-Plot	
λ	FE-Korrekturfaktor nach Forbes	
μ	Fermi-Energie	eV
$\nu(y)$	principal Schottky-Nordheim barrier function	
ω	quantenmechanische Teilchenfrequenz	Hz
ϕ	Austrittsarbeit	eV
φ_i	Winkel, Zufallsvariable	°
Ψ	Wellenfunktion	
ρ	Emitterdichte	cm^{-2}
ρ	Porendichte der ionenspur-geätzten Polymermembran	cm^{-2}
σ	Wirkungsquerschnitt	b
τ	optische Transparenz eines Gitters	

1. Einleitung und Motivation der Arbeit

Seit 2017 entsteht am GSI Helmholtzzentrum für Schwerionenforschung mit der Facility for Antiproton and Ion Research (FAIR) eines der größten Schwerionenforschungseinrichtungen der Welt. Der Ausbau der bisherigen Anlagen hat das Ziel, höhere Energien, höhere Intensitäten und mehr parallel stattfindende Nutzungsmöglichkeiten der Ionenstrahlen zu erschließen.

Ein zentrales Element des Facility for Antiproton and Ion Research (FAIR) ist das Schwerionensynchrotron SIS100, in welchem die Ionen auf die für die Experimente erforderliche Energie beschleunigt werden. Die Anforderungen an das in den Strahlröhren des SIS100 zu generierende Vakuum sind außerordentlich [15, 16]. Um die gewünschten Strahlintensitäten und -energien erreichen zu können, sind im gesamten Ring mittlere Restgasteildichten im tiefen Ultrahochvakuum bzw. oberen Extremhochvakuum-Bereich in der Größenordnung von 10^{-12} mbar erforderlich [17, 18]. Die Erzeugung und dauerhafte Aufrechterhaltung derart kleiner Gasdichten setzt eine Pumptechnologie voraus, die in diesem Vakuumbereich noch hinreichend große Saugvermögen zur Verfügung stellen kann. Ein dieser Anforderung gerecht werdender Pumpmechanismus bietet das Cryopumping, also das Ausfrieren von Gasen an hinreichend tiefgeköhlten Oberflächen [16]. Da beim SIS100 auf über 80% der Strahlführungsstrecke die Ionen mittels supraleitender Magnete auf ihren Sollbahnen gehalten werden, ist es aus thermodynamischen Gründen zweckmäßig, nicht nur die Magnete selbst, sondern gleichzeitig auch die durch die Magnete hindurch laufenden Strahlröhren auf Temperaturen nahe des flüssigen Heliums zwischen 5 und 15 K herunterzukühlen. Bei diesen tiefen Wandtemperaturen können nahezu alle Gasarten äußerst effektiv von den Innenwänden der Strahlröhren gebunden und somit extrem niedrige Drücke erreicht werden. Durch die Auslegung des SIS100 Vakuumsystems mit zum Großteil kryogenen Abschnitten können zudem durch Wechselwirkung zwischen Strahl und Restgas bedingte Vakuuminstabilitäten im Betrieb der Maschine weitestgehend unterdrückt werden. Nichtsdestotrotz besteht der Wunsch, eventuell auftretende dynamische Vakuumeffekte kontrollieren und vor allem auch lokalisieren zu können [19]. Da die Vakuuminstabilitäten zumeist ihren Ursprung in den unter kryogenen Bedingungen betriebenen Ringbögen haben, müssten zur Überwachung Vakuumsensoren eingesetzt werden, die einerseits für den Einsatz in Tieftemperaturumgebungen konzipiert sind und andererseits eine untere Messgrenze im Bereich von mindestens einigen 10^{-12} mbar aufweisen [16].

Klassischerweise basiert die Vakuummessung sehr niedriger Drücke auf der Restgasionisation. Dabei werden mithilfe einer Elektronenquelle Restgasatome in der Umgebung ionisiert und zu einem Ionenkollektor hin beschleunigt. Der dort gemessene Ionenstrom ist proportional zum lokal herrschenden Druck. Bei kommerziell erhältlichen Ionisationsmanometern dient eine Glühkathode als Elektronenquelle.

Obwohl Glühkathoden-basierte Ionisationsmanometer selbst bei Umgebungstemperaturen von 4,2 K nachweislich funktionieren und eine annähernd verlässliche Druckanzeige liefern [20], ist von einer Standardanwendung dieser Messgeräte unter kryogenen Bedingungen abzusehen, da die Wärmeentwicklung der Glühkathode nicht nur das thermische Gleichgewicht der Umgebung erheblich stört, sondern auch einen in der Regel unerwünschten Wärmeeintrag darstellt.

Eine mögliche Alternative stellen Feldemitter-basierte Elektronenquellen dar. Diese beruhen auf der spannungsgetriebenen Extraktion von Elektronen, was mit einem deutlich verringerten Temperatureintrag einhergeht. Doch obwohl Feldemitter bereits seit circa einem Jahrhundert untersucht werden [21], haben sich diese bisher nur in wenigen Bereichen gegenüber Glühkathoden durchgesetzt. Zum einen zeigen Feldemitter ein Degradationsverhalten, was in einer zeitlichen Abnahme des Emissionsstromes bei gleicher Betriebsspannung resultiert. Zum anderen ist die Reproduzierbarkeit der Emitter in der Herstellung eine große Herausforderung. Weiterhin zeigen auch diese ein Ausgasverhalten, welches allerdings stark von der Emitterart abhängig ist [22]. So wurden bereits zu Forschungszwecken Ionisationsmanometer mit Feldemitter-Elektronenquellen bestückt und untersucht, haben aber aufgrund der Nischenanwendung noch keinen Transfer in den kommerziellen Bereich erfahren.

Die Anforderungen für den Einsatz von Vakuumelektronenquellen in Ionisationsmanometern im SIS100 sind hoch. Zum einen sind allein hochvakuumtaugliche Materialien zu verwenden. Zum anderen muss der emittierte Elektronenstrom einer Vakuumelektronenquelle langfristig stabil in der Größenordnung oberhalb 100 μA liegen.

Es lässt sich bisher nicht feststellen, dass sich ein Typ oder Material besonders gegenüber anderen Emittlern auszeichnet und für diesen speziellen Einsatzzweck verwendet werden kann. Jedoch scheinen CNTs in weiten Bereichen optimale Eigenschaften mitzubringen. Halbleiter-basierte Feldemitter sind für den Einsatz als Elektronenquellen in kryogenen Umgebungen ungeeignet, da diese bei kryogenen Temperaturen kaum oder keine elektrische Leitfähigkeit mehr aufweisen und als Isolatoren anzusehen sind. Metallische, Membran-basierte Feldemitter wurden bisher zu wenig dahingehend untersucht.

In dieser Arbeit werden Forschungsergebnisse vorgestellt, die im Rahmen einer Zusammenarbeit der Technischen Universität Darmstadt und dem GSI Helmholtzzentrum für Schwerionenforschung zur Erforschung und Entwicklung von auf metallischen Nanokonen basierenden Vakuumelektronenquellen entstanden sind. Dies beinhaltet einerseits die optimierte Herstellung von metallischen Feldemittern mithilfe galvanischer Abscheidung in Polymermembranen. Andererseits werden die Hauptkomponenten - eine Kathode mit zufällig verteilten Emittlern, wie sie durch die Verwendung der Polymermembranen vorgegeben sind, und einem im dazu definierten Abstand angebrachten Gitter - mittels Simulationen in ihrer Geometrie optimiert, was die Grundlagen für die Fertigung einer hinreichend leistungsfähigen Vakuumelektronenquelle schafft. Ebenfalls werden die wesentlichen Aspekte bei der Fertigung, nämlich die Wahl geeigneter Materialien, Fertigungstechniken und Verbindungsverfahren, betrachtet. Außerdem werden die Feldemissionsfähigkeiten der metallischen Nanokonen experimentell untersucht.

Im Folgenden werden zunächst in Kapitel 2 die theoretischen Grundlagen sowohl der Druckmessung basierend auf Restgasionisation als auch der feldinduzierten Elektronenemission genauer beleuchtet. Ein besonderes Augenmerk wird auf die Verwendung von Mikro- bzw. Nanostrukturen als Feldemitter aufgrund der an ihnen stattfindenden Feldverstärkung gelegt. In Kapitel 3 wird ein Überblick über die bisher erforschten Feldemitterstrukturen gegeben. Diese werden hinsichtlich des Einsatzes in Ionisationsmanometern für kryogene Ultrahochvakuumssysteme beurteilt. Zudem werden die gängigen, mit Restgasionisation durch Glühkathoden arbeitenden Druckmessröhren vorgestellt, da Feldemitter-basierte Ionisationsmanometer in der Regel durch eine Substitution der Glühkathode durch eine Feldemitter-basierte Vakuumelektronenquelle realisiert werden. Weiterhin werden die Anforderungen an eine Vakuumelektronenquelle für den Einsatz in Ionisationsmanometern im SIS100 festgelegt. Nachfolgend wird in Kapitel 4 das Herstellungsverfahren der hier als Feldemitter verwendeten metallischen Nanokonen und die im Rahmen dieser Arbeit vorgenommen Weiterentwicklungen des Herstellungsprozess präsentiert. Das Herstellungsverfahren gibt zudem die Geometrieparameter für eine anschließende simulationsbasierte Optimierung der Feldemitter

vor, welche in Kapitel 5 vorgestellt wird. Für die Fertigung einer mit diesen Kathoden aufzubauenden Vakuumelektronenquelle ist zudem die Geometrieangepassung und -optimierung eines Extraktionsgitters nötig, welche mittels FEM-Simulationen durchgeführt wird. Basierend auf den Ergebnissen aus den Simulationen wird in Kapitel 6 die Fertigung und der Aufbau entsprechender Vakuumelektronenquellen dargelegt und Messergebnisse hinsichtlich der Feldemission vorgestellt. Abschließend folgt ein Fazit der Arbeit und ein Ausblick auf weiterführende Forschungsfragestellungen.

2. Theoretische Grundlagen der Feldemission

Das Fundament für die Entwicklung einer Feldemitter-basierten Vakuumelektronenquelle bildet die Theorie der Feldemission. Zunächst wird die grundlegende physikalische Beschreibung der Druckmessung im Ultrahochvakuum basierend auf Restgasionisation dargelegt und der allgemeine Zusammenhang zwischen Druck, Ionenstrom sowie dem zur Ionisation benötigten Elektronenstrom hergeleitet. Anschließend wird in Kapitel 2.2 der Bogen von der allgemeinen quantenmechanischen Beschreibung des Tunneleffekts eines einzelnen Elektrons über die Theorie der feldinduzierten Elektronenemission bei Metallen bis hin zur Modellierung großflächiger Feldemitterarrays gespannt. Dazu gehört auch die Betrachtung der Feldverstärkung an Nanostrukturen, auf welche in Kapitel 2.3 ein Blick geworfen wird. Für eine umfassende Übersicht folgt als Ergänzung in Kapitel 2.4 eine Aufzählung real auftretender, aber selten in der Modellierung berücksichtigter Effekte. Auf der Theorie aufbauend wird abschließend in Kapitel 2.5 das zu empfehlende Vorgehen bei Datenanalysen von Feldemissionsmessungen abgeleitet.

2.1. Druckmessung im Ultrahochvakuum basierend auf Restgasionisation

Als Ultrahochvakuum (UHV) werden Drücke unterhalb von 10^{-5} Pa bzw. 10^{-7} mbar bezeichnet. Drücke jenseits von 10^{-10} Pa bzw. 10^{-12} mbar werden als Extremhochvakuum (XHV) bezeichnet. Gerade im unteren UHV- und oberen XHV-Druckbereichen stellt die verlässliche Druckmessung eine Herausforderung dar. Die Restgasteildichte ist so gering, dass auf die Restgasionisation zurückgegriffen und der daraus resultierende Ionenstrom gemessen wird. Für die Ionisation wird eine Elektronenquelle benötigt. Da wie in der Einleitung erläutert die üblichen Glühkathoden ausscheiden, soll diese in Form einer Feldemitter-basierten Vakuumelektronenquelle realisiert werden. Die emittierten Elektronen werden mithilfe einer auf positiven Potential befindlichen Elektrode (Anode) angezogen und ionisieren auf ihren Trajektorien Restgasteilchen. Die Restgasionen werden daraufhin zu einer weiteren, auf negativen Potential befindlichen Elektrode (Kollektor) beschleunigt und können dort gemessen werden. Im Folgenden wird die Beziehung zwischen Druck und Ionenstrom hergeleitet. Diese Herleitung ist beispielsweise bei Jousten [23] zu finden.

Es wird angenommen, dass eine Vakuumelektronenquelle mit einem emittierten Ionenstrom I_E vorliegt. Die Elektronen haben eine mittlere freie Weglänge l durch das Vakuum, welche von den Umgebungsbedingungen wie dem Druck p und der Gasart abhängt. Unter der Annahme eines idealen Gases mit der Teilchendichte n ionisieren N_E Elektronen auf ihrem Weg insgesamt

$$N_{\text{Ion}} = N_E \cdot n \cdot \sigma \cdot l \quad (2.1)$$

Teilchen. Die Variable σ bezeichnet den Wirkungsquerschnitt, der ein Maß für die Wahrscheinlichkeit einer Ionisierung eines Restgasatoms durch ein Elektron darstellt. Folglich erzeugt der Elektronenstrom I_E einen Ionenstrom

$$I_{\text{Ion}} = I_E \cdot n \cdot \sigma \cdot l. \quad (2.2)$$

Mit der idealen Gasgleichung

$$p = n \cdot k_B \cdot T, \quad (2.3)$$

welche mithilfe der Boltzmann-Konstante k_B einen direkten Zusammenhang zwischen dem Druck p , der Teilchendichte n und der Temperatur T bildet, folgt

$$I_{\text{Ion}} = I_E \cdot \frac{p}{k_B \cdot T} \cdot \sigma \cdot l \quad (2.4)$$

$$:= I_E \cdot S \cdot p. \quad (2.5)$$

Der Parameter $S := (l \sigma) / (k_B T)$ wird als Vakuummeterkonstante bezeichnet. Diese ist einerseits neben der Temperatur T auch von der vorliegenden Gasart abhängig, da diese den Wirkungsquerschnitt σ festlegt. Andererseits bestimmt das Messsystem die mittlere freie Weglänge l . Die Vakuummeterkonstante wird darum durch Kalibrierung bestimmt [23].

Um die Verhältnisse zwischen Elektronenstrom zu Ionenstrom in einem Ionisationsmanometer zu illustrieren, wird als Vakuummeterkonstante S ein größenordnungsmäßig typischer Wert von $10^{-1}/\text{Pa}$ angenommen. Ferner wird vorausgesetzt, dass die Elektronenquelle einen vom Druckbereich unabhängigen, aber konstanten Elektronenstrom I_E von 1 mA liefert. Unter diesen Bedingungen fließt am Ionenkollektor bei einem Druck von $p = 10^{-9} \text{ Pa}$ (10^{-11} mbar , unterer UHV-Bereich) ein Ionenstrom I_{Ion} von 10^{-13} A ab. Dies zeigt, dass die druckproportionale Messgröße, also der Ionenstrom I_{Ion} , typischerweise ganze 10 Größenordnungen kleiner ist als der Elektronenstrom I_E . Bei noch niedrigeren Drücken sinkt der Ionenstrom bis in den Femtoamperebereich, weshalb es zunehmend schwieriger wird diesen messtechnisch vom üblichen elektronischen Rauschen zu unterscheiden. Darum ist es notwendig mit einer Feldemitter-basierten Vakuumelektronenquelle hinreichend große Elektronenströme in der Größenordnung von Milliampere zu erzeugen.

Zugleich nimmt der Wirkungsquerschnitt der Restgasatome mit höheren kinetischen Elektronenenergien ab. Die maximale Ionisationseffizienz wird für die meisten Gase bei einer Elektronenenergie von 100 eV bis 200 eV erreicht [23]. Um mit Feldemittern gleichzeitig niedrige Elektronenenergien, d.h. niedrige Extraktionsspannungen, und hohe Emissionsströme zu erreichen, werden Arrays aus Nanostrukturen verwendet. Dabei macht man sich die Feldverstärkung an den Spitzen zunutze, um trotz einer niedrigen, makroskopisch angelegten Spannung lokal hohe elektrische Felder zu erzeugen. Die theoretische Beschreibung solcher Feldemitterarrays wird in den folgenden Kapiteln vorgestellt.

2.2. Theorie der Feldemission

In Kapitel 2.2.1 wird der allgemeine quantenmechanische Tunneleffekt diskutiert und darauf aufbauend in Kapitel 2.2.2 die feldinduzierte Elektronenemission an metallischen Oberflächen betrachtet. Ziel ist die Beschreibung der feldinduzierten Elektronenstromdichte in Abhängigkeit eines extern angelegten elektrischen Feldes. Seit der Veröffentlichung der ersten Erklärung der Feldemission in 1928 von Fowler und Nordheim [21] sind weitere Versionen von Feldemissionsgleichungen publiziert worden [24, 25]. In dieser Arbeit wird neben der ursprünglichen, vereinfachten Herleitung von Fowler und Nordheim, die Weiterentwicklung durch Murphy und Good [24] sowie die Verallgemeinerung für großflächige Feldemitter-Arrays durch Forbes [26] besprochen.

2.2.1. Quantenmechanische Beschreibung des Tunneleffekts

Nach der Theorie der Quantenmechanik weisen Objekte sowohl Eigenschaften von Teilchen als auch von Wellen auf (Welle-Teilchen-Dualismus) [27, 28]. Daraus resultiert, dass der Aufenthaltsort x eines Teilchens zum Zeitpunkt t nur mit einer gewissen Wahrscheinlichkeit anstatt mit einer exakten Trajektorie vorhergesagt werden kann. Dazu wird das Teilchen mithilfe einer Wellenfunktion $\Psi(x, t)$ beschrieben. Nach der Kopenhagener Deutung lässt sich das Betragsquadrat dieser Wellenfunktion $|\Psi(x, t)|^2$ direkt als die Aufenthaltswahrscheinlichkeit des betrachteten Objekts am Ort x interpretieren [27].

Die Lösungen für die Wellenfunktion ergeben sich aus der Schrödingergleichung. Diese beschreibt den Zustand eines quantenmechanischen Systems. Im stationären (zeitunabhängigen) Fall ist diese gleich

$$W\Psi(x) = -\frac{\hbar^2}{2m}\Delta\Psi(x) + V\Psi(x), \quad (2.6)$$

mit der Energie W , dem reduzierten Plancksche Wirkungsquantum \hbar , der Masse des quantenmechanischen Objekts m , dem Laplace-Operator Δ und dem Potential V . Gleichung (2.6) besagt, dass sich die Gesamtenergie W des Teilchens aus der kinetischen und der potentiellen Energie zusammensetzt.

In Bereichen konstanten Potentials bilden entweder ebene Wellen oder Wellenpakete, welche mittels Überlagerungen von ebenen Wellen gebildet werden können, Lösungen der Schrödingergleichung. Zur Beschreibung von einzelnen Teilchen bieten sich Wellenpakete an. Zur vereinfachten Erläuterung des Tunneleffekts werden an dieser Stelle aber nur ebene Wellen betrachtet. Deren Wellenfunktionen haben die Form

$$\Psi(x) = A_W \cdot \exp(\pm j k x). \quad (2.7)$$

Dabei beschreibt j die imaginäre Einheit, $k := \hbar^{-1} \sqrt{2m(W - V)}$ die Wellenzahl, A_W die Amplitude der Wellenfunktion und ω die Frequenz des Teilchens. Je nach Energie W des Teilchens bzw. Höhe des Potentials V ist k reell oder imaginär. Für $W > V$ ist k reell und Ψ entspricht einer ebenen Welle. Gilt $W < V$, so folgt die Einhüllende der Wellenfunktion einer abfallenden Exponentialfunktion. Es wird deutlich, dass die Wellenfunktion auch für den Fall, dass die Energie eines Teilchens geringer als das Potential ist, nicht Null wird. Somit kann die Aufenthaltswahrscheinlichkeit des Teilchens auch in bzw. jenseits dieser Bereiche ungleich Null sein, was in der klassischen Physik nicht möglich wäre. Für einen Potentialwall ergibt sich daraus, dass ein Teilchen den Wall mit einer gewissen Wahrscheinlichkeit durchdringen kann, was als Tunneleffekt bezeichnet wird.

In Abbildung 2.1 ist ein beispielhafter Verlauf der Wellenfunktion dargestellt. In den Abschnitten I und III gilt $W > V$, so dass eine ebene Welle vorliegt. In Abschnitt II ist $W < V$ und die Wellenfunktion entspricht einer abfallenden Exponentialfunktion. Man erkennt zudem, dass die Amplitude der Wellenfunktion nach dem Durchtunneln geringer ist. Das bedeutet, dass die Aufenthaltswahrscheinlichkeit hinter dem Potentialwall gering ist. Der Großteil der Welle wird reflektiert. Für eine ausführliche, mathematische Betrachtung dieses Beispiels sei auf die Quellen [27] und [28] verwiesen.

Mithilfe der WKB-Näherung (Wentzel-Kramers-Brillouin-Näherung) lassen sich komplexere eindimensionale, stationäre Quantensysteme, wie zum Beispiel nicht-konstante Potentiale, analytisch annähern [29]. Anschaulich gesprochen wird dazu das nicht-konstante Potential in infinitesimal kleine konstante Potentialbereiche eingeteilt. Dabei wird vorausgesetzt, dass sich das Potential in Relation zur Wellenlänge der betrachteten quantenmechanischen Objekte nur „langsam“ ändert.

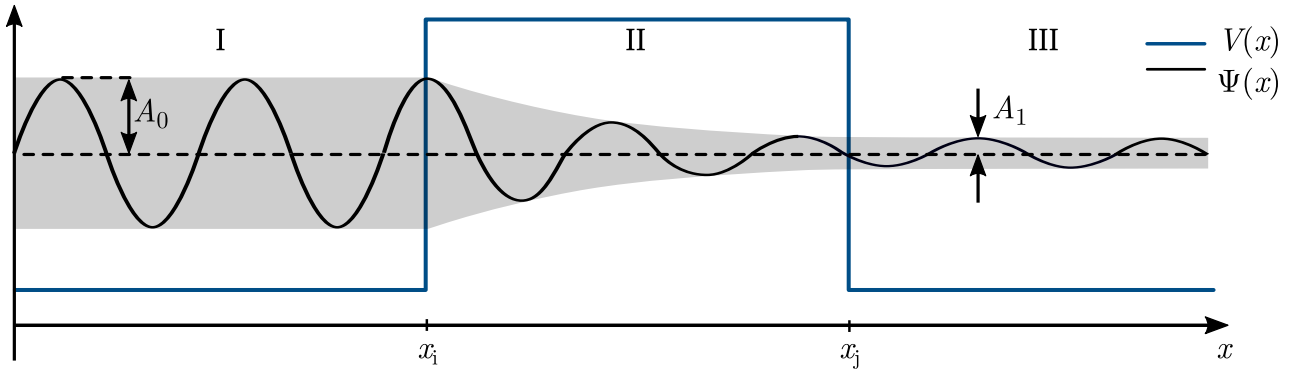


Abbildung 2.1.: Beispielhafter Verlauf der Wellenfunktion $\Psi(x)$ eines durch eine ebene Welle modellierten Teilchens in Abhängigkeit vom Potential $V(x)$ und Ort x beim Durchtunneln eines Potentialwalls. Das Potential ist in den Abschnitten I bis III jeweils konstant. Die Einhüllende der Wellenfunktion ist farblich transparent hinterlegt. In Abschnitt I gilt, dass die Energie W des Teilchens größer ist als das vorliegende Potential V , d.h. $W > V$. Die Amplitude der Wellenfunktion A_0 ist dort konstant. Gelangt das Teilchen nun in Abschnitt II ist das Potential größer als die Energie des Teilchens, also $W < V$. Die Amplitude fällt exponentiell auf den Wert A_0 ab. In Abschnitt III gilt $W > V$ und die Amplitude der Wellenfunktion bleibt konstant. Die Wahrscheinlichkeit, dass das Teilchen somit in Abschnitt III anzutreffen ist, ist ungleich Null. Es werden keine Reflexionen an Potentialübergängen betrachtet.

Betrachtet man nun einen zunächst beliebigen Potentialwall im Bereich $x' \in [x_i, x_j]$, ergibt sich nach Gleichung (2.7) mit $W < V$ und einem von links einfallenden Teilchen für die Wellenfunktion [28]

$$\Psi(x') = A \cdot \exp \left(\sqrt{\frac{2m}{\hbar^2}} \sqrt{V(x') - W} \right). \quad (2.8)$$

Die Wahrscheinlichkeit D , dass ein Teilchen den Wall vollständig durchtunnelt, ergibt sich dann näherungsweise mit der WKB-Näherung aus dem Verhältnis der Aufenthaltswahrscheinlichkeiten zu [30, 31]

$$D \approx \left| \frac{\Psi(x_2)}{\Psi(x_1)} \right|^2 = \exp \left(-2 \sqrt{\frac{2m}{\hbar^2}} \int_{x_1}^{x_2} \sqrt{V(x') - W} dx' \right), \quad (2.9)$$

Die Tunnelwahrscheinlichkeit D ist somit maßgeblich von der Form des zur Modellierung des Walls gewählten Potentials abhängig.

2.2.2. Feldinduzierte Elektronenemission an metallischen Oberflächen

Wirft man einen Blick auf einen Metallkörper im Vakuum, so entspricht dieser für die Elektronen im Metall in erster Näherung einem Potentialtopf. Die Elektronen können sich im Metall nahezu frei bewegen. Sie besitzen aber eine geringere Energie W als das Vakuumpotential V_{vac} . Gemäß Gleichung 2.9 folgt, dass die Wahrscheinlichkeit D , dass ein Elektron aus dem Metall ins Vakuum tunnelt, gegen Null läuft. Legt man jedoch eine elektrische Spannung an, verzerrt diese den Potentialverlauf. Es entsteht eine Potentialbarriere, welche von dem Elektron mit einer gewissen Wahrscheinlichkeit durchtunnelt werden kann. Dies führt zu der sogenannten Feldemission, also der feldinduzierten Elektronenemission durch die Oberfläche.

Im Laufe der Zeit wurden verschiedene Funktionen zur Beschreibung des Potentialverlaufs unter Einfluss des elektrischen Feldes hergeleitet und angewandt. Dies hat zur Folge, dass nicht eine einzelne Feldemissionsgleichung (FE-Gleichung) zur Beschreibung des Emissionsstromes hergeleitet wurde, sondern verschiedene FE-Gleichungen in der Literatur zu finden sind. Aus diesem Grund ist es ausgesprochen wichtig zu erläutern, welche FE-Gleichung man einer späteren Datenanalyse zugrunde legt, da dies einen großen Einfluss auf die Ergebnisse der Datenanalyse hat. Im Folgenden sollen nur die wichtigsten Modelle kurz vorgestellt werden.

Fowler und Nordheim verwendeten in ihrem ersten Modell von 1928 einen einfach zu berechnenden, aber unrealistischen dreieckigen Potentialverlauf der Form [21]

$$V_{\text{FN}}(x) = \begin{cases} -eE_L x, & \text{für } x > x_1, \\ -(\phi + \mu), & \text{für } x < x_1, \end{cases} \quad (2.10)$$

vergleiche Abbildung 2.2. Mit e wird die Elementarladung bezeichnet und E_L repräsentiert das lokal wirkende elektrische Feld. Innerhalb des Metalls, d.h. für $x < x_1$, wird das Potential als konstant angesehen. Es wird beschrieben durch die Summe der Austrittsarbeit ϕ und der Fermi-Energie μ . Die Fermi-Energie μ bezeichnet die höchste Elektronenenergie im Grundzustand.

Noch 1928 veröffentlichte Nordheim eine Überarbeitung des Modells, indem er ein Bildpotential zur Berücksichtigung des Schottky-Effekts einführt [32]. Dadurch ergibt sich bereits ein realistischerer Verlauf des Potentials, welcher auch Schottky-Nordheim-Barriere (SN-Barriere) genannt wird. Jedoch fanden Burgess und Kroemer 1953 einen Fehler in der weiterfolgenden Berechnungen von Nordheim [33]. Auf dieser Korrektur basierend überarbeiteten Murphy und Good [24] die Herleitung der FE-Gleichung von Fowler und Nordheim, basierend auf der Annahme einer SN-Barriere. Das dieser Herleitung zu Grunde liegende Potential ist

$$V_{\text{MG}}(x) = \begin{cases} -\frac{e^2}{4x} - eE_L x, & \text{für } x > x_1, \\ -(\phi + \mu), & \text{für } x < x_1, \end{cases} \quad (2.11)$$

vergleiche Abbildung 2.2.

Dabei beschreibt die Gleichung für $x > x_1$ eine Superposition aus dem sogenannten Bildpotential $-e^2/4x$ und dem durch das elektrische Feld E_L erzeugte Potential $-eE_L x$. Detaillierte Erläuterungen zum Bildpotential finden sich zum Beispiel in [34]. Da die Herleitung von Murphy und Good komplex ist, wurde in der Vergangenheit auch fälschlicherweise die stark vereinfachte FE-Gleichung von Fowler und Nordheim von 1928 zur Datenanalyse verwendet [35–38].

Um diesem Umstand entgegenzuwirken, wurde in den letzten Jahren an einer Reformulierung der Feldemissionstheorie gearbeitet [25, 26]. Ziel ist zum einen die Vorgabe einer geeigneten FE-Gleichung je nach betrachtetem Feldemitter, da die ursprüngliche Theorie alleine für planare Metalle bzw. Halbleiter gültig ist. Mittlerweile sind aber der Großteil der experimentell untersuchten Feldemitter kohlenstoffbasierte Strukturen, für welche die Theorie angepasst werden muss. Zum anderen soll eine geeignete, einheitliche Nomenklatur zur Verfügung gestellt werden, da auch bei dieser große Unterschiede in der Literatur zu finden sind und diese ebenfalls zu Missverständnissen führen [25, 39]. Forbes überführt die FE-Gleichung zudem vom Gaußschen Einheitensystem in das SI-System. Dafür nimmt er ein Potential der Form

$$V_{\text{Fo}}(x) = \begin{cases} -\frac{e^2}{16\pi\epsilon_0 x} - eE_L x, & \text{für } x > x_1, \\ -(\phi + \mu), & \text{für } x < x_1 \end{cases} \quad (2.12)$$

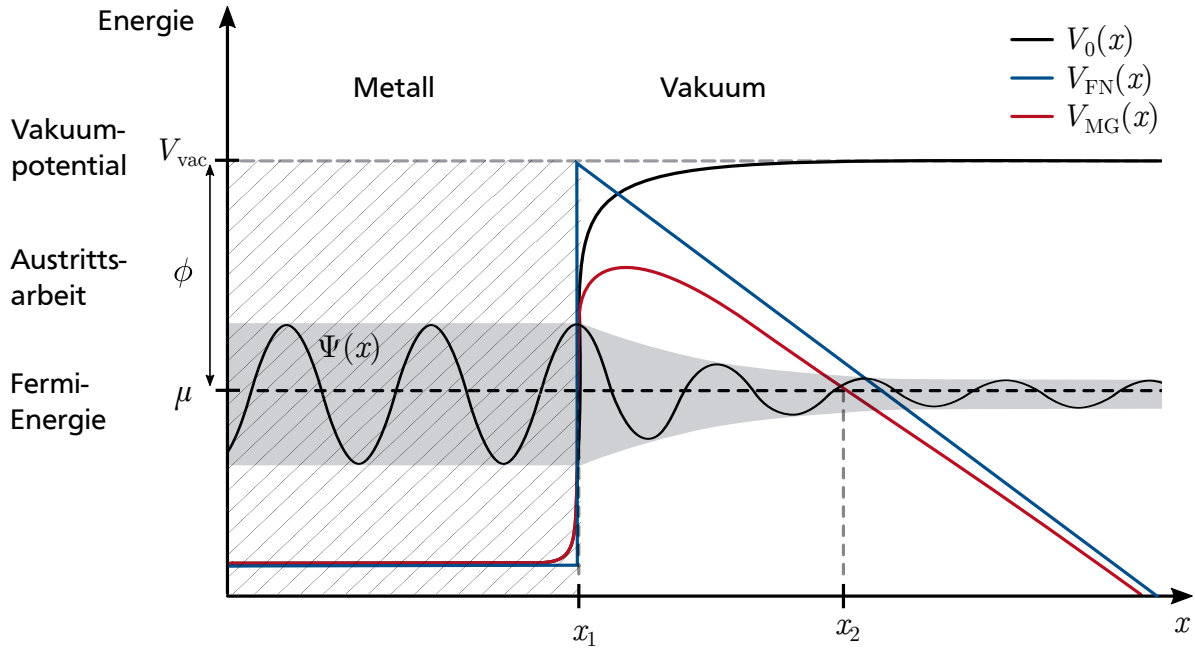


Abbildung 2.2.: Schematische Darstellung der Potentiale V_0 , welche bei Abwesenheit eines angelegten elektrischen Feldes vorliegen, sowie dem Dreieckspotential V_{FN} von Fowler und Nordheim, siehe Gleichung 2.10, und dem von Murphy und Good verwendeten Potential V_{MG} , siehe Gleichung 2.11, zur Beschreibung des Potentialverlaufs bei angelegtem elektrischen Feld am Übergang von Metall (schraffiert) zu Vakuum. Ein Elektron mit der Wellenfunktion $\Psi(x)$ hat so durch die Deformation des Potentials die Möglichkeit aus dem Metall ins Vakuum zu tunneln.

mit der elektrischen Feldkonstanten bzw. Dielektrizitätskonstanten des Vakuums ε_0 an.

Mit den gegebenen Potentiale lässt sich die Tunnelwahrscheinlichkeit $D(E)$ aus Gleichung (2.9) berechnen. Die Grenzen der Integration x_1, x_2 entsprechen den Punkten, an denen $W = V$ gilt. Eine detaillierte, schrittweise Lösung über Umformung zu einem elliptischen Integral findet man beispielsweise in [31]. Für die Tunnelwahrscheinlichkeit $D(W)$ ergibt sich

$$D(W) = \exp \left(-\frac{4}{3} \cdot \sqrt{\frac{2m_e}{\hbar^2}} \cdot \frac{(\phi + \mu - W)^{\frac{3}{2}}}{E_L e} \cdot \nu(y) \right) \quad (2.13)$$

$$\text{mit } y := \frac{\sqrt{e^3 E_L}}{\sqrt{4\pi\varepsilon_0} \cdot |W|}. \quad (2.14)$$

Dabei ist m_e die Elektronenmasse. Der Term $\nu(y)$ ist ein ursprünglich von Nordheim eingeführter Korrekturfaktor, der die stark vereinfachte Annahme eines dreieckigen Potentials ausgleicht [32]. Forbes nennt diesen auch „principal Schottky-Nordheim barrier function“ (SN barrier function) [25]. Lösungen der Funktion ν sind beispielsweise in tabellarischer Form in den Quellen [31] und [33] zu finden. Forbes publizierte 2006 für ν die Näherungslösung [40]

$$\nu(f) = 1 - f + \frac{1}{6} f \ln(f) \quad (2.15)$$

$$\text{mit } f := y^2 = \frac{e^3 E_L}{4\pi\varepsilon_0 |\phi|^2} \approx 1,439964 \frac{E_L}{\phi^2}. \quad (2.16)$$

unter der Verwendung von ϕ in eV und E_L in V/nm. Damit lässt sich durch das Wissen über die Austrittsarbeit ϕ und das lokal wirkende elektrische Feld E_L der Korrekturfaktor $\nu(y)$ berechnen.

Um einen Emissionsstrom berechnen zu können, wird neben der Tunnelwahrscheinlichkeit $D(W)$, gegeben durch Gleichung 2.13, auch die Anzahl N der auf den Potentialwall mit entsprechender Energie W treffenden Elektronen benötigt. Die Anzahl N der Elektronen lässt sich durch die Zustandsdichte und deren Besetzungswahrscheinlichkeit bestimmen. Als Zustandsdichte bezeichnet man die Anzahl der für Elektronen möglichen Zustände pro Volumen und pro Energielevel. Bei Metallen hat sich das Sommerfeldsche Modell des freien Elektronengases als äußerst erfolgreich erwiesen, um die Zustandsdichte der Elektronen näherungsweise zu beschreiben [41]. Die Besetzungswahrscheinlichkeit dieser Energieniveaus der Elektronen im Metall kann durch die Fermi-Dirac-Verteilung beschrieben werden. Detaillierte Herleitungen der auf die Potentialbarriere treffenden Elektronenzahl $N(W, T)$ in Abhängigkeit von der Energie W und der Elektronentemperatur T sind beispielsweise in den Quellen [30] und [31] gegeben. Es gilt

$$N(W, T) = \frac{4\pi m_e}{h^3} \cdot k_B T \cdot \ln \left(1 + \exp \left(-\frac{W - \mu}{k_B T} \right) \right). \quad (2.17)$$

Zur Übersichtlichkeit wird $\mu - W$ im Folgenden mit Δ_W zusammengefasst.

Die Energieverteilung $P(W, T)$, welche die Anzahl der aus dem Metall emittierten Elektronen pro Sekunde und Einheitsfläche im Energieintervall dW beschreibt, ist durch das Produkt der Tunnelwahrscheinlichkeit $D(W)$ aus Gleichung 2.13 und der Anzahl der Elektronen $N(W, T)$ aus Gleichung 2.17 gegeben. Diese ergibt sich zu

$$P(W, T) dW = \frac{4\pi m_e}{h^3} \cdot k_B T \cdot \ln \left(1 + e^{\frac{\Delta_W}{k_B T}} \right) \cdot \exp \left(-\frac{4}{3} \cdot \sqrt{\frac{2m}{\hbar^2}} \cdot \frac{(\phi + \Delta_W)^{\frac{3}{2}}}{E_L e} \cdot \nu(y) \right) dW \quad (2.18)$$

2.2.3. Feldemissionsgleichungen für einzelne Emittoren

Um die Emissionsstromdichte j_L zu bestimmen, muss die Energieverteilung $P(W, T)$ über alle Elektronenenergien integriert werden und mit der Elementarladung e multipliziert werden. Dafür hat sich eine Zusammenfassung von Konstanten und deren Angabe in praktikablen Einheiten, d.h. ϕ in eV und E_L in V/m, erfolgreich durchgesetzt. Es gelte [26]

$$a_{\text{FN}} := \frac{e^3}{8\pi\hbar} = 2,469 \cdot 10^{-25} \frac{\text{A J}}{\text{V}^2} = 1,541 \cdot 10^{-6} \frac{\text{A eV}}{\text{V}^2} \quad (2.19)$$

$$b_{\text{FN}} := \frac{4}{3} \cdot \sqrt{\frac{2m_e}{\hbar^2}} \cdot \frac{1}{e} = 1,065 \cdot 10^{-38} \frac{\text{kg}^{\frac{1}{2}}}{\text{J s C}} = 6,830 \cdot 10^9 \frac{\text{V}}{\text{m eV}^{\frac{3}{2}}}. \quad (2.20)$$

Die Konstanten a_{FN} und b_{FN} werden als Fowler-Nordheim-Konstanten (FN-Konstanten) bezeichnet.

Murphy und Good betrachten sowohl den Tieftemperaturfall ($T \rightarrow 0$) als auch die Emission bei höheren Temperaturen, bei denen die thermische Emission einen steigenden Einfluss hat [24]. In einer ersten

Näherung wird der Tieftemperaturfall detaillierter betrachtet. Für hinreichend kleine Temperaturen kann folgende Näherung

$$k_B T \cdot \ln \left(1 + e^{\frac{\Delta_W}{k_B T}} \right) \approx \begin{cases} 0, & \text{für } W > \mu, \\ \Delta_W, & \text{für } W < \mu. \end{cases} \quad (2.21)$$

angenommen werden. Diese ergibt sich aus der Fermi-Verteilung für den Grenzfall $T \rightarrow 0$ und bedeutet, dass oberhalb der Fermi-Energie μ keine Energieniveaus von Elektronen besetzt werden. Damit ergibt sich für die lokale Stromdichte j_L

$$j_L^{\text{MG}} = e \cdot \int_{-\infty}^{\mu} P(W) dW \quad (2.22)$$

$$= t^{-2}(y) \cdot a_{\text{FN}} \cdot \frac{E_L^2}{\phi} \cdot \exp \left(-b_{\text{FN}} \cdot \frac{\phi^{\frac{3}{2}}}{E_L} \cdot \nu(y) \right). \quad (2.23)$$

Gleichung 2.23 entspricht der von Murphy und Good 1956 hergeleiteten FE-Gleichung. Die Korrekturfunktion $t^{-2}(y)$ resultiert, genauso wie $\nu(y)$, aus dem Potentialverlauf der SN-Barriere [24, 31].

Forbes entwickelt die FE-Gleichung von Murphy und Good weiter. Dazu überführt er unter anderem den Korrekturfaktor $t^{-2}(y)$ in einen allgemeinen Korrekturfaktor λ [39]. λ berücksichtigt einen Tunnel-Vorfaktor („transmission coefficient“), welcher in der Herleitung von Murphy und Good vernachlässigt wird, sowie Bandstruktureffekte und die exakte Integration über alle Elektronenzustände, d.h. ohne die in Gleichung (2.21) angenommene Tieftemperaturnäherung. Forbes erhält so eine vollständige FE-Gleichung, die er auch „erweiterte Murphy-Good FE-Gleichung“ [42] nennt. Die lokale Stromdichte j_L^{Fo} ist so gegeben über

$$j_L^{\text{Fo}} = \lambda \cdot a_{\text{FN}} \cdot \frac{E_L^2}{\phi} \cdot \exp \left(-b_{\text{FN}} \cdot \frac{\phi^{\frac{3}{2}}}{E_L} \cdot \nu(f) \right). \quad (2.24)$$

Forbes betont allerdings, dass eine realistische Bestimmung von λ schwierig und daher von geringer ökonomischer Bedeutung ist. Für einen praktischen Gebrauch empfiehlt er zum einen die Verwendung der FE-Gleichung von Murphy und Good. Zum anderen lässt sich Forbes zu Folge die Unsicherheit der Messwerte für einen metallischen Emittor mit SN-Potential über die Abschätzung $0,005 < \lambda < 14$ eingrenzen [42].

Insbesondere die Verwendung der Korrekturfunktionen hat einen großen Einfluss auf die Ergebnisse der Datenanalyse. Die Vernachlässigung von ν und t^{-2} hat zur Folge, dass sich die vorhergesagten Emissionsstromdichten um den Faktor 100 unterscheiden [26]. In Tabelle 2.1 sind die verschiedenen Potentiale und die zugehörigen FE-Gleichungen detailliert dargestellt.

Da im Rahmen dieser Arbeit Tieftemperatursysteme betrachtet werden, wird nicht weiter auf eine für höhere Temperaturen geltende FE-Gleichung eingegangen. Nähere Ausführungen zur Herleitung der FE-Gleichung für höhere Temperaturen sind aber beispielsweise bei Murphy und Good in [24], bei Flüge in [31] oder bei Jensen in [43] zu finden.

Die dargelegten FE-Gleichungen gelten gemäß Herleitung für einen planaren Emittor. Jedoch spielen bereits kleinste Erhebungen und Spitzen aufgrund der lokalen Feldverstärkung eine dominante Rolle bei der Feldemission. Die vorgestellten FE-Gleichungen sind für spitzenförmige Emittoren nur anwendbar, wenn der Radius der Emitterspitze größer als 10 nm ist [26, 44]. Ab kleineren Spitzenradii ändert sich der Verlauf der Potentialbarriere signifikant [45, 46]. So kann die inkorrekte Anwendung der FE-Gleichung bei Emittorstrukturen mit kleineren Spitzenradien zu Missinterpretationen der Messdaten führen.

Tabelle 2.1.: Übersicht über die vereinfachte FE-Gleichung von Fowler und Nordheim (im Gaußschen Einheitensystem), die anschließend verbesserte und korrigierte FE-Gleichung von Murphy und Good (im Gaußschen Einheitensystem) sowie die von Forbes verallgemeinerte FE-Gleichung (im SI-Einheitensystem) sowie den jeweils zugrundeliegenden Potentialen. Die Potentiale sind abschnittsweise für (1) $x < x_1$ und (2) $x > x_1$ definiert, siehe Abbildung 2.2.

	Potential	FE-Gleichung	Ref.
Fowler-Nordheim	$V_{\text{FN}}(x) = \begin{cases} -(\phi + \mu), & (1), \\ -eE_L x, & (2). \end{cases}$	$j_L^{\text{FN}} = a_{\text{FN}} \cdot \frac{E_L^2}{\phi} \cdot \exp\left(-b_{\text{FN}} \frac{\phi^{\frac{3}{2}}}{E_L}\right)$	[21]
Murphy-Good	$V_{\text{MG}}(x) = \begin{cases} -(\phi + \mu), & (1), \\ -\frac{e^2}{4x} - eE_L x, & (2). \end{cases}$	$j_L^{\text{MG}} = t^{-2} \cdot a_{\text{FN}} \cdot \frac{E_L^2}{\phi} \cdot \exp\left(-b_{\text{FN}} \frac{\phi^{\frac{3}{2}}}{E_L} \nu(y)\right)$	[24]
Forbes	$V_{\text{Fo}}(x) = \begin{cases} -(\phi + \mu), & (1), \\ -\frac{e^2}{16\pi\epsilon_0 x} - eE_L x, & (2). \end{cases}$	$j_L^{\text{Fo}} = \lambda \cdot a_{\text{FN}} \cdot \frac{E_L^2}{\phi} \cdot \exp\left(-b_{\text{FN}} \frac{\phi^{\frac{3}{2}}}{E_L} \nu(f)\right)$	[25, 26]

2.2.4. Feldemissionsgleichung für großflächige Feldemitter-Arrays

Um Feldemission effizienter nutzen zu können, besteht der Ansatz, die zur Emission notwendige Spannung zu reduzieren. Dies kann geschehen, indem Gebrauch von der Verstärkung elektrischer Felder an Spitzen gemacht wird. In diesem Zuge sind Mikro- und Nanostrukturen aufgrund ihrer hohen Aspektverhältnisse in den Fokus der Forschung gerückt. Um gleichzeitig die Emissionstromdichte zu maximieren, werden Arrays mit vielen Emitter, engl. large-area field emitter (LAFE), hergestellt.

Forbes zeigt, dass die FE-Gleichung (2.24) in dieser Form für LAFE nicht direkt anwendbar ist [26]. Bei LAFE sind im Allgemeinen Strukturgeometrien in zwei Größenordnungen vorhanden. Zum einen liegt eine makroskopische Basisgeometrie, das heißt beispielsweise ein planares Substrat und dazu parallel angeordnete Gegenelektrode vor. Für den speziellen Fall einer auf Feldemittern basierenden Vakuumelektronenquelle bildet ein Extraktionsgitter die Gegenelektrode, siehe Abbildung 2.3. Zum anderen haben die mikroskopischen emittierenden Strukturen, im Folgenden kurz als Emitter bezeichnet, effektive Radien, die viele Größenordnungen kleiner sein können. Messtechnisch werden makroskopische Größen gemessen, wie zum Beispiel das in der Basisgeometrie angelegte makroskopische Feld E_M zwischen Kathode und Gegenelektrode oder auch die über das gesamte LAFE und dessen Grundfläche gemittelte Stromdichte j_M . Die makroskopischen Größen E_M und j_M gilt es mit den lokal geltenden und in den FE-Gleichungen verwendeten Größen E_L und j_L in Beziehung zu setzen. Zur Verdeutlichung der Verbindung der mikroskopischen und der makroskopischen Größen ist in Abbildung 2.3 das Beispiel eines LAFE mit Extraktionsgitter gezeigt. Im Folgenden wird kurz die für LAFE geltende, vollständige FE-Gleichung hergeleitet.

Für das makroskopische Feld gilt

$$E_M := \frac{u_M}{d_{\text{CE}}} \quad (2.25)$$

mit der zwischen der Kathode (Substrat) und dem Extraktionsgitter angelegten Spannung u_M und deren Abstand d_{CE} . Für jeden Emitter im LAFE lässt sich das an der Emitterspitze wirkende, elektrische Feld E_a mit dem makroskopischen Feld E_M über den Feldverstärkungsfaktor

$$\gamma := \frac{E_a}{E_M} \quad (2.26)$$

verknüpfen. Dieser Feldverstärkungsfaktor hängt von verschiedenen Einflussfaktoren ab, wie zum Beispiel der Form des Emitters, den Abständen zwischen den Emitterspitzen, dem Substrat und dem Extraktionsgitter oder auch dem Abstand zwischen den einzelnen Emitttern. Diese Einflüsse auf die Feldverstärkung werden in Kapitel 2.3 detailliert betrachtet. Aus der Messung der makroskopischen Größen E_M und j_M lässt sich aber lediglich ein mittlerer, „effektiver“ Feldverstärkungsfaktor, auch charakteristischer Feldverstärkungsfaktor γ_C genannt, ermitteln. Diesem wird ein charakteristisches elektrisches Feld E_C zugrunde gelegt, welches als mittleres Spitzenfeld an einem Emitter betrachtet werden kann. Somit sei

$$\gamma_C = \frac{E_C}{E_M}. \quad (2.27)$$

Dieser charakteristische Feldverstärkungsfaktor γ_C ist aber nicht mit dem Feldverstärkungsfaktor γ_n eines einzelnen Emitters im Array gleichzusetzen. Letztere können sich beispielsweise aufgrund von Herstellungstoleranzen voneinander unterscheiden.

Ein für die Betrachtung der Stromdichten solcher Emitterarrays wichtiger Punkt ist, dass die reale emittierende Fläche des gesamten Arrays signifikant kleiner ist als die Grundfläche des Arrays A_M , auch „footprint“ genannt. Somit unterscheidet sich die makroskopische Emissionsstromdichte j_M , in der Regel definiert als Verhältnis aus Gesamtmissionsstrom i_M und der Arraygrundfläche A_M gemäß

$$j_M := \frac{i_M}{A_M}, \quad (2.28)$$

maßgeblich von der lokalen Emissionsstromdichte j_L , welche von dem lokal wirkenden elektrischen Feld E_L am jeweiligen Emitter abhängt. Der Emissionsstrom i_M des Gesamtarrays lässt sich theoretisch durch Integration von j_L über die gesamte Oberfläche A_{ges} bestimmen. Für jeden Emitter lässt sich weiterhin über Gleichung (2.24) und dem charakteristischen Feld E_C eine charakteristische Emissionsstromdichte gemäß

$$j_C = j_L^{Fo}(E_C) \quad (2.29)$$

definieren. Daraus lässt sich weiterhin eine fiktive, mittlere Emissionsfläche A_n , engl. „notional emission area“ gemäß

$$A_n := \frac{\int j_L dA}{j_C} \quad (2.30)$$

definieren. Diese ist über den Faktor α_M gemäß

$$\alpha_M := \frac{A_n}{A_M} = \frac{j_M}{j_C} \quad (2.31)$$

mit der Grundfläche A_M verknüpft. Der Faktor α_M ist gleich dem Verhältnis von j_M zu j_C und kann als auf die Fläche bezogene Effizienz der Emission betrachtet werden kann. Er ist $\ll 1$. Forbes gibt in [26] mithilfe einer Publikation von Dyke und Trolan [47], welche die charakteristische Stromdichte eines einzelnen Wolfram-Emitters untersucht haben, die Abschätzung $\alpha_M \approx 3 \cdot 10^{-5}$. In [42] gibt er an, dass α_M für verschiedene LAFE zwischen 10^{-7} und 10^{-4} liegen kann.

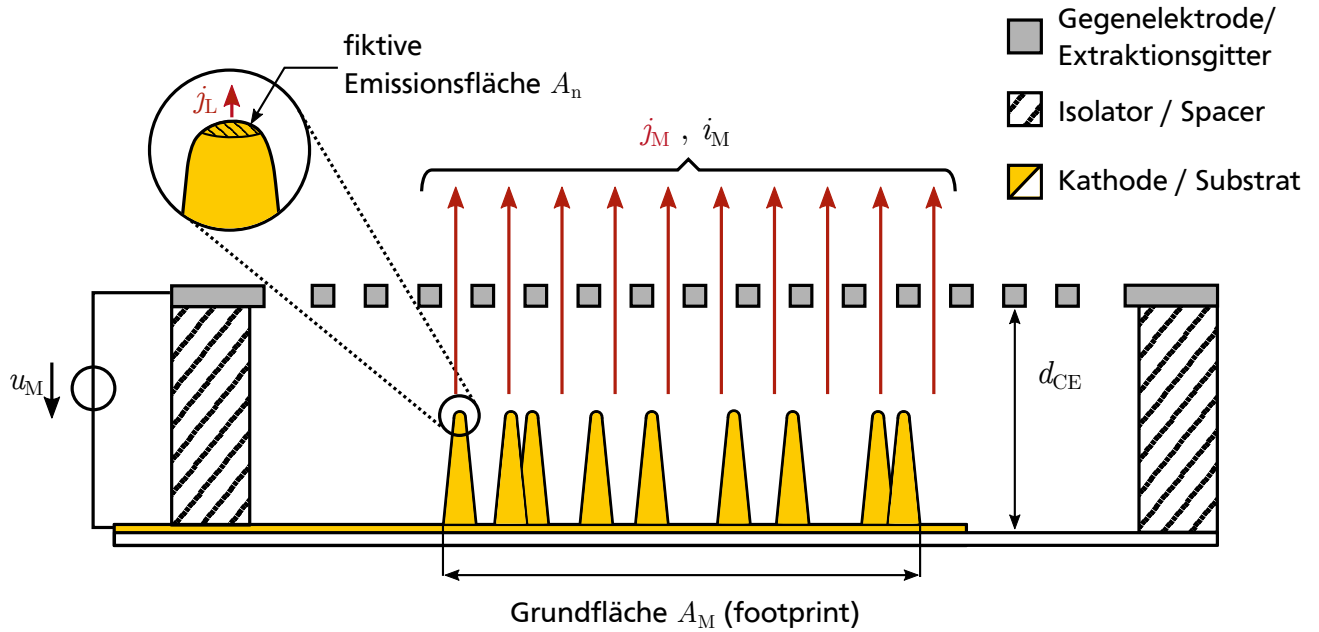


Abbildung 2.3.: Schematische Darstellung einer Feldemitter-basierten Vakuumelektronenquelle zur Illustration der Verbindung zwischen den makroskopischen sowie den mikroskopischen Größen. Das hier gezeigte, auf der Kathode platzierte LAFE bestehe aus metallischen Emittern, beispielsweise aus Gold. Zu den makroskopischen Größen zählen die über die LAFE-Grundfläche A_M gemittelte Emissionsstromdichte j_M bzw. der zugehörige Emissionsstrom $i_M = j_M \cdot A_M$ sowie das erzeugte elektrische Feld $E_M = u_M/d_{CE}$, welches durch die zwischen Kathode und der dazu im Abstand d_{CE} positionierten Gegenelektrode (Extraktionsgitter) angelegte Spannung u_M erzeugt wird. Diese Größen gilt es mit den mikroskopischen Größen wie z.B. der lokalen Stromdichte j_L , der fiktiven mittleren Emissionsfläche A_n , siehe Gleichung (2.30), und dem lokal wirkenden elektrischen Feld E_L in Verbindung zu setzen.

Forbes folgend ergibt sich eine technisch vollständige FE-Gleichung für LAFE aus den Gleichungen (2.31), (2.29), (2.27) und (2.24) zu [26]

$$j_M = \alpha_M \cdot j_C \quad (2.32)$$

$$= \alpha_M \cdot \lambda \cdot a_{FN} \cdot \frac{\gamma_C^2 \cdot E_M^2}{\phi} \cdot \exp \left(-b_{FN} \cdot \frac{\phi^{\frac{3}{2}}}{\gamma_C \cdot E_M} \cdot \nu(f) \right). \quad (2.33)$$

In der Literatur werden bisher Emissionsflächen ohne die Berücksichtigung von α_M angegeben. Für die korrekte Ermittlung von α_M müsste simultan die Stromdichte j_C als auch die makroskopische Stromdichte j_M gemessen werden. Da dies aber technisch bisher nicht realisierbar ist, hat die Angabe einer Emissionsfläche ohne das exakte Wissen der genauen Anzahl der tatsächlich am Emissionsstrom beteiligten Emittoren und deren jeweiligen Feldverstärkungsfaktor folglich keinerlei Informationsgehalt. Eine Interpretation oder gar ein dahingehender Vergleich zwischen verschiedenen Emittierarrays sollte nur mit äußerster Vorsicht durchgeführt werden.

2.3. Feldverstärkung an Nanostrukturen

Der Feldverstärkungsfaktor hat einen wesentlichen Einfluss auf die Feldemission und kann als Maß für die Güte von Feldemittern angesehen werden. Er hängt von verschiedenen Einflussfaktoren ab, welche in den folgenden Abschnitten näher beleuchtet werden, da nur mit einem tieferen Verständnis der verschiedenen Einflussfaktoren eine Modellierung und anschließende Optimierung von Feldemittern möglich ist.

2.3.1. Modellierung der Emittergeometrie

Die Form des Emitters beeinflusst maßgeblich die Feldverstärkung. Parallel zur experimentellen Untersuchung wurden verschiedene Emittergeometrien modelliert und evaluiert. Als stark abstrahierte Geometrie ist die „schwebende Kugel auf Kathodenpotential“ zu nennen [48]. Außerdem gibt es Modelle für halbkugelförmig abgerundete Zylinder („rounded whisker“) [48], Halbkugeln auf planarer Ebene [48, 49], Hemiellipsoide [48], Hyperboloide [50] oder auch konusförmige Emitter mit parabolischen Spitzen [50]. Eine Übersicht über die verschiedenen Geometrien mit den zugehörigen Formeln zur Berechnung des Feldverstärkungsfaktors ist in Tabelle 2.2 gegeben. Die zur Berechnung des Feldverstärkungsfaktors verwendeten Formeln sind dabei entweder analytisch oder numerisch bestimmt worden, was mithilfe der Indizes „a“ bzw. „n“ gekennzeichnet wird. Je nach Geometrie der verwendeten Emitter lässt sich eine passende Näherung auswählen.

Biswas publizierte 2018 den Ansatz einer allgemeinen Formel

$$\gamma = \frac{2v}{c_1 \cdot \ln(4v) - c_2} \quad (2.34)$$


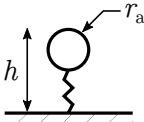
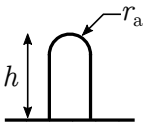
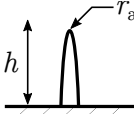
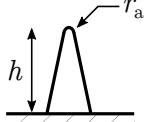
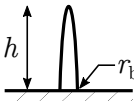
für die Berechnung des Feldverstärkungsfaktors [50]. Der Parameter v bezeichnet das Aspektverhältnis, welches dem Quotient von Spitzenradius r_a zu Höhe h entspricht. Die Konstanten c_1 und c_2 sind numerisch für die jeweilige Geometrieklasse zu bestimmen. Sie lassen sich laut Biswas aber nach einmaliger Bestimmung auf die komplette Geometriefamilie anwenden.

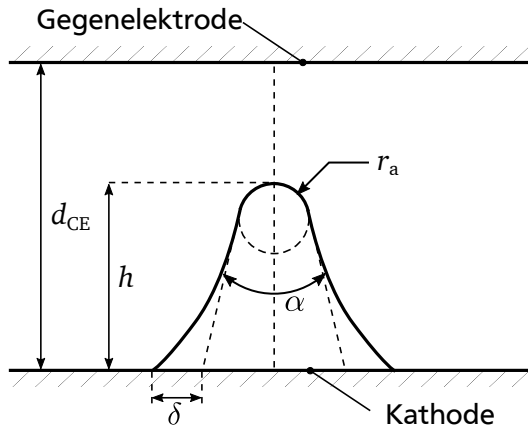
Neben den analytischen Modellen werden häufig Simulationen mit Finite-Elemente-Methoden (FEM) verwendet, um die Abhängigkeit des Feldverstärkungsfaktors realer Emittergeometrien zu bestimmen [51, 52]. Langer et al. haben beispielsweise mithilfe von FEM-Simulationen die Abhängigkeit des Feldverstärkungsfaktor γ von den Geometrieparametern im Falle elliptisch konkav gekrümmter Konen mit hemisphärischer Spitze untersucht. Der Fokus lag dabei auf Änderungen des Aspektverhältnisses v sowie des Öffnungswinkels α und der elliptischen Krümmung der Konen, siehe Abbildung 2.4. Aus den Ergebnissen wird deutlich, dass höhere Feldverstärkungsfaktoren bei kleinen Öffnungswinkeln α und hohen Aspektverhältnissen v erzielt werden können. Weiterhin hat die konkav elliptische Krümmung der Konen nur einen geringen Einfluss auf den Feldverstärkungsfaktor.

2.3.2. Abhängigkeit vom Abstand der Elektroden

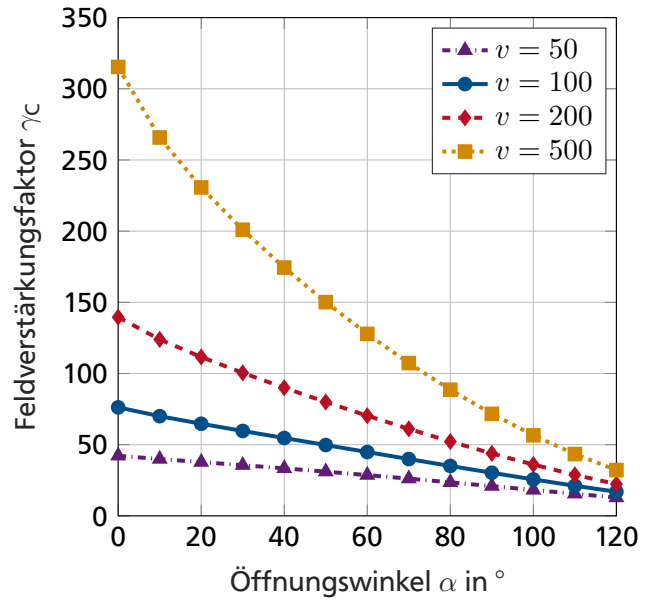
Der Feldverstärkungsfaktor hängt neben der Emittergeometrie vom Abstand d_{CE} zwischen der mit Feldemittern bestückter Kathode und der Gegenelektrode ab, vergleiche Abbildung 2.3. Diese Abhängigkeit wurde erstmals von Miller anhand des Modells einer schwebenden Kugel auf Kathodenpotential untersucht [57], vergleiche Tabelle 2.2. Millers Resultate lassen vermuten, dass der Feldverstärkungsfaktor mit kleiner

Tabelle 2.2.: Übersicht über verschiedene Emittergeometrien und zugehörige aus analytischen oder numerischen Berechnungen gewonnene Formeln zur Bestimmung des Feldverstärkungsfaktors γ aus den geometrischen Größen. Die Indizes „a“ bzw. „n“ kennzeichnen eine analytische bzw. numerische Bestimmung der Formel. v bezeichnet das Verhältnis h/r aus der Höhe des Emitters h und dem Spitzenradius r_a . Im Falle eines hemiellipsoidalen Emitters bezeichnet w das Verhältnis aus Höhe h und Halbachse (Basisradius) r_b . Der Parameter χ ist definiert über $\chi := \sqrt{w^2 - 1}$. Die zugehörigen geometrischen Größen sind in den Skizzen entsprechend vermerkt.

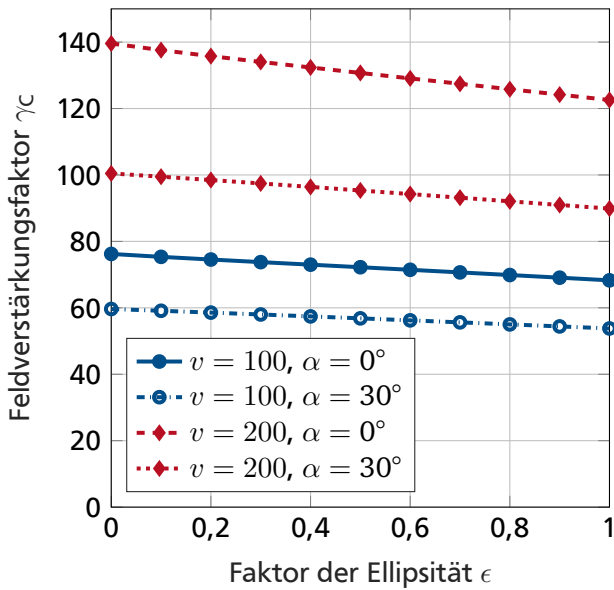
Modell	Skizze	Feldverstärkungsfaktor	Ref.
Halbkugel auf planarer Ebene		$\gamma_a = 3$	[48, 49]
Schwebende Kugel		$\gamma_n = 2,5 + v$	[48, 53, 54]
Halbkugel auf Zylinder		$\gamma_n = 1,2 \cdot (2,15 + v)^{0,9}$	[48, 54, 55]
Hyperboloid		$\gamma_a = \frac{2v}{\ln(4v)}$	[50]
Konus mit parabolischer Spitze		$\gamma_n = \frac{2v}{-0,12 \cdot \ln(4v) + 0,22}$	[50]
Hemiellipsoid		$\gamma_a = \frac{\chi^3}{w \cdot \ln(w + \chi) - \chi}$	[48, 54–56]



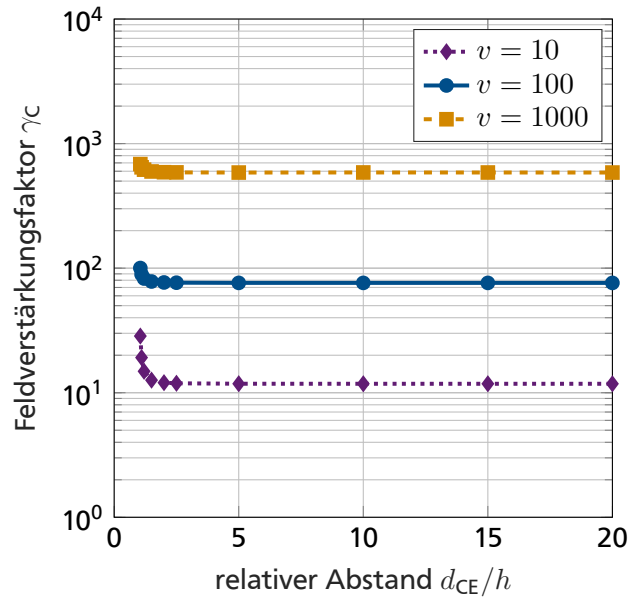
(a) Geometrisches Modell für die Simulation von konusförmigen Emittoren mit konkav elliptischer Krümmung.



(b) Abhängigkeit des Feldverstärkungsfaktors γ_C vom Öffnungswinkel α des Konus für verschiedene Aspektverhältnisse v .



(c) Abhängigkeit des Feldverstärkungsfaktors γ_C von der Ellipsität der Konuskrümmung, charakterisiert durch ϵ , für verschiedene Aspektverhältnisse v und Öffnungswinkel α .



(d) Abhängigkeit des Feldverstärkungsfaktors γ_C vom relativen Abstand d_{CE}/h für verschiedene Aspektverhältnisse v .

Abbildung 2.4.: Illustration der Emittergeometrie und Abhängigkeiten des Feldverstärkungsfaktors γ_C von dem Öffnungswinkel α , der Ellipsität der Konuskrümmung, charakterisiert durch den Faktor $\epsilon := \delta/h$, und dem Abstand zur Gegenelektrode d_{CE} für verschiedene Aspektverhältnisse $v := h/r_a$. Die hier dargestellten Simulationsergebnisse wurden von Christoph Langer erarbeitet und in [52] veröffentlicht. Der Autor dankt Christoph Langer herzlich für die Zurverfügungstellung dieser Daten.

werdenden Abständen d_{CE} sinkt. Diese Ergebnisse basieren allerdings auf einer mittlerweile unüblichen Definition des Feldverstärkungsfaktors als Quotient aus Maximum der Feldstärke an der Spitze E_a und der Gap-Feldstärke E_g . Die Feldstärke E_g bildet sich aus dem Quotienten aus der angelegten Spannung u_M und dem Abstand $d_g = d_{\text{CE}} - h$ zwischen Emitterspitze und Gegenelektrode [58]. Üblich ist mittlerweile der Bezug zur Feldstärke zwischen Gegenelektrode und Kathodensubstratfläche. Damit ergibt sich ein vollkommen anderes Bild und wurde beispielsweise von Pogorelov et al. [59] oder auch von Langer et al. [52] näher untersucht. Es zeigt sich, dass der Feldverstärkungsfaktor in weiten Bereichen vom Elektrodenabstand unbeeinflusst ist, siehe Abbildung 2.4 (d). Für kleiner werdende Abstände d_{CE} zwischen Kathode und Gegenelektrode steigt der Feldverstärkungsfaktor ab Abständen, die der doppelten Emitterhöhe h entsprechen.

Wird statt einer flächigen Gegenelektrode ein Extraktionsgitter oder eine sehr nah platzierte Gate-Elektrode verwendet, so spielt auch die Geometrie des Gitters bzw. der Elektrode einen entscheidenden Einfluss, da diese ein inhomogenes elektrisches Feld erzeugen. Für solche Konfigurationen muss das elektrische Feld für die jeweilige Geometrie genauer untersucht werden, um den Feldverstärkungsfaktor zu bestimmen.

2.3.3. Modellierung gegenseitiger Beeinflussung der Emitter im Array

Im Falle mehrerer Emitter auf der Kathode beeinflussen sich die Emitter auf mehrere Weisen gegenseitig. Einerseits wird das elektrische Feld durch die Anwesenheit anderer Emitterspitzen verformt [60]. In der Literatur wird dies meist als Abschattung oder Abschirmung („mutual shielding“) bezeichnet. Dieser Effekt tritt auch auf, wenn man annimmt, dass an der vollständigen Oberfläche der Kathode und der Emitter das gleiche Potential wirkt. Andererseits wirken die in den Emitterspitzen vorliegenden Ladungen aufeinander und führen zu einer Depolarisation. Damit wird das an der Oberfläche wirkende Potential beeinflusst. Beide Effekte haben zur Folge, dass der Feldverstärkungsfaktor eines einzelnen Emitters vom Abstand zu den anderen Emittern abhängt.

Diese Abhängigkeit wurde für regelmäßig angeordnete Arrays von Emittern sowohl experimentell [61, 62] als auch theoretisch [63, 64] untersucht. So sind die experimentellen Untersuchungen von Bonard et al. [61] und Jo et al. [62] zu nennen. Diese haben festgestellt, dass sich der Feldverstärkungsfaktor γ in Abhängigkeit vom gegenseitigen Abstand in einem quadratischen Array mithilfe der phänomenologischen, exponentiell abfallenden Funktion der Form

$$\gamma(s) = \gamma_1 \cdot (1 - \exp(a \cdot s)) \quad (2.35)$$

beschreiben lässt. Der Faktor γ_1 beschreibt dabei den Feldverstärkungsfaktor eines einzelnen, isoliert vom Array betrachteten Emitters. Dieser wird allein durch die Geometrie des einzelnen Emitters und die Elektrodenanordnung definiert. Die Variable a bezeichnet einen Fitparameter. In den Publikationen von Bonard et al. und Jo et al. wird für zylindrische Emitter mit hemisphärischen Spitzen der Wert $a = -2,31$ verwendet. s entspricht dem auf die Emitterhöhe h normierten Abstand zum nächsten Emitter und wird auch als „spacing“ bezeichnet. Aus der Betrachtung des Verlaufs des Feldverstärkungsfaktors haben Bonard et al. die Faustregel abgeleitet, dass die Emitter idealerweise einen Abstand zueinander haben sollten, welcher der doppelten Emitterhöhe entspricht. Bei kleinere Abständen zwischen den Emittern nimmt der Feldverstärkungsfaktor stark ab.

Darauf aufbauend haben Harris et al. [63, 64] diese Betrachtung mithilfe von Linienladungsmodellen sowohl für quadratische Arrays als auch Arrays mit äquidistanten, in Dreiecken angeordneten Emittern

weitergeführt. Dafür haben sie die phänomenologische Formel aus Gleichung (2.35) um den Fit-Parameter c erweitert. So ergibt sich der Zusammenhang

$$\gamma(s) = \gamma_1 \cdot (1 - \exp(a \cdot s^c)). \quad (2.36)$$

Harris und Jensen haben zudem die Gesamtstromdichte j_M des Arrays in Abhängigkeit vom spacing s betrachtet. Sie definieren einen optimalen Abstand zwischen den Emittern bzw. ein optimales spacing s_{opt} darüber, dass bei diesem die Gesamtstromdichte ihr Maximum erreicht. Ihre Resultate zeigen eine Abhängigkeit des optimalen Abstandes der Emitter vom angelegten elektrischen Feldes E_M . Mit steigendem angelegten elektrischen Feld E_M sinkt das optimale spacing s_{opt} . Für sehr hohe Feldstärken sinkt der optimale Abstand sogar unter den Wert der Emitterhöhe h .

Aktuelle Herleitungen und Simulationen zeigen, dass die Abnahme des Feldverstärkungsfaktors für spacings größer als 1,5 allerdings einer s^{-3} -Funktion folgt und der exponentielle, in Gleichung (2.36) gegebene Verlauf für die Feldverstärkung nicht zutrifft [60, 65]. Der Bereich des technologisch interessanten Intervalls von $1 < s < 2$ wird durch diese Funktion aber nicht abgedeckt. Zur Zeit liegt keine physikalisch begründete Fitfunktion für diesen Bereich vor.

Unregelmäßige Anordnungen, d.h. Arrays mit zufällig verteilten Emittern, wurden bisher nur in wenigen Veröffentlichungen untersucht. Hier zu nennen sind zum Beispiel Read und Bowring, welche die Verteilung der Feldverstärkungsfaktoren in zufällig verteilten Arrays mithilfe von FEM-Simulationen betrachten [66]. Zum anderen wurde jüngst ein Modell basierend auf Linienladungen von Biswas und Rudra veröffentlicht [67]. Dieses Modell sagt als Optimum ähnliche mittlere Abstände wie die Modelle mit regulär angeordneten Emittern voraus.

2.4. Weitere für die Feldemission relevante Effekte

Verschiedene Effekte werden aufgrund der hohen Komplexität bei der Modellierung von Feldemittern meistens vernachlässigt. Insbesondere das zeitliche Verhalten der Feldemitter zu modellieren, ist folglich äußerst schwierig. Dies wurde bisher nur unter der Betrachtung einzelner Aspekte wie beispielsweise der Zerstörung eines einzelnen Emitters durch ein zu hohes elektrisches Feld umgesetzt [68].

Durch verschiedene Effekte wird während der Emission die Emittergeometrie geändert, was zu einer zeitlichen Veränderung der Feldverstärkung führt. In diesem Kontext ist zum einen die Degradation der Feldemitterspitzen aufgrund von Absputtern durch Ionen zu nennen. Freie Ionen werden in Folge des Feldgradienten auf die Emitter beschleunigt und bewirken einen Abtrag an der Spitze. Dies führt sich auch einer Senkung des Feldverstärkung und damit des Emissionstromes [69, 70]. Zum anderen lässt sich das thermische Verhalten während der Feldemission anführen. Neben der Entwicklung Joulscher Wärme durch den Ohmschen Widerstand eines Emitters spielt auch der quantenmechanische Nottingham Effekt eine Rolle. Dabei kommt es aufgrund des Tunneleffekts zu einer Erhöhung der Temperatur an der Spitze, da Elektronen geringerer Energie aus dem Emitter tunneln und deren Plätze von höher energetischen Elektronen besetzt werden [71]. Die Energiedifferenz der Elektronenzustände wird in Form von Wärme frei. Bei zu hoher Wärmeentwicklung kann es sogar zur Zerstörung der Emitterstrukturen kommen [68, 70]. Bei metallischen Feldemittern ist außerdem die sogenannte Rayleigh-Instabilität zu beachten. Oberflächeneffekte spielen im Nanometerbereich eine dominante Rolle. So kommt es ab einer Grenztemperatur zum Zerfall von metallischen Nanostrukturen zu Kugeln, da diese die Form geringster Oberflächenspannung darstellen [47, 72]. Dies ist gerade für das typische zur Reinigung genutzte Ausheizen von Vakuumsystemen ein zu berücksichtigender Faktor, da dies gegebenenfalls zum Zerfall der Emitterstrukturen führen kann.

Der Emissionsstrom kann weiterhin durch dynamische Effekte wie Raumladungseffekten beeinflusst werden. Unter diesem Begriff werden die Rückwirkungen der durch die emittierten Elektronen erzeugten Felder auf das elektrische Feld an den Emitterspitzen zusammengefasst [73]. Außerdem gibt es Verunreinigungen und Bedeckungen, wie beispielsweise durch H_2O oder anderen Gasen, an der Oberfläche der Emitter. Diese Adsorbatatome führen zu einer Senkung der Austrittsarbeit [74–77].

2.5. Datenanalyse von Feldemissionsmessungen

Für die Darstellung von Messdaten aus Feldemissionsmessungen werden seit der Veröffentlichung von Fowler und Nordheim sogenannte Fowler-Nordheim-Plots (FN-Plots) verwendet [78]. Dabei wird in der Regel $\ln(j_{\text{M}}/E_{\text{M}}^2 \cdot V^2/A)$ gegen $1/E_{\text{M}}$ oder $\ln(i_{\text{M}}/u_{\text{M}}^2 \cdot V^2/A)$ gegen $1/u_{\text{M}}$ aufgetragen. Im Folgenden werden statt u_{M} und i_{M} die üblichen Variablen U und I verwendet. FN-Plots ersetzen die vorher vorherrschenden Millikan-Lauritsen-Plots (ML-Plots) [79], in denen $\log(I/A)$ gegen $1/U$ aufgetragen wurde. Grund dafür war die Vorhersage von Fowler und Nordheim, dass sich bei Feldemission in FN-Plots ein vollständig linearer Verlauf ergeben würde. Außerdem wäre aus der Steigung und dem Ordinatenabschnitt des FN-Plots der charakteristische Feldverstärkungsfaktor γ_{C} und die fiktive Emissionsfläche A_{n} direkt bestimmbar. Da die Herleitung von Fowler und Nordheim aber auf dem stark vereinfachten Dreieckspotential beruht, ist dies aber nicht der Fall. Lineare Fits des nicht-linearen FN-Plots ergeben wiederum Folgefehler bei der Bestimmung von γ_{C} und A_{n} . Darum wird in letzter Zeit erneut eine Diskussion über eine verbesserte Darstellung und Analyse von entsprechenden Messdaten geführt. Im Nachfolgenden sollen die klassischen FN-Plots als auch die neuerdings empfohlenen Murphy-Good-Plots vorgestellt werden.

2.5.1. Fowler-Nordheim-Plots

Im Falle von reiner, idealer Feldemission ergibt sich in FN-Plots ein nahezu linearer Verlauf. Durch eine wie auch von Fowler und Nordheim erfolgten Näherung von $\lambda = 1$ und der Vernachlässigung von α_{M} ergibt sich aus Gleichung (2.28) und der LAFE-FE-Gleichung (2.33)

$$I = A_{\text{M}} \cdot a_{\text{FN}} \cdot \frac{\gamma_{\text{C}}^2 \cdot U^2}{\phi \cdot d_{\text{CE}}^2} \cdot \exp \left(-b_{\text{FN}} \cdot \frac{\phi^{\frac{3}{2}} \cdot d_{\text{CE}}}{\gamma_{\text{C}} \cdot U} \cdot \nu(f) \right) \quad (2.37)$$

$$\Leftrightarrow \ln \left(\frac{I}{U^2} \cdot \frac{V^2}{A} \right) = s_{\text{FN,fit}} \cdot \frac{1}{U} + r_{\text{FN,fit}} \quad (2.38)$$

mit der Steigung $s_{\text{FN,fit}}$ und dem Ordinatenabschnitt $r_{\text{FN,fit}}$ gemäß

$$s_{\text{FN,fit}} = - \frac{b_{\text{FN}} \cdot \phi^{\frac{3}{2}} \cdot d_{\text{CE}} \cdot \nu(f)}{\gamma_{\text{C}}} \quad (2.39)$$

$$r_{\text{FN,fit}} = \ln \left(\frac{A_{\text{M}} \cdot a_{\text{FN}} \cdot \gamma_{\text{C}}^2}{\phi \cdot d_{\text{CE}}^2} \right) \quad (2.40)$$

So lässt sich unter Kenntnis der Austrittsarbeit ϕ des Materials der charakteristische Feldverstärkungsfaktor γ_{C} berechnen gemäß

$$\gamma_{\text{C}} = - \frac{b_{\text{FN}} \cdot \phi^{\frac{3}{2}} \cdot d_{\text{CE}} \cdot \nu(f)}{s_{\text{FN,fit}}} \quad (2.41)$$

An der Stelle wird in der Regel weiterhin die Vereinfachung $\nu(f) = 1$ getroffen. Dies zieht einen Fehler mit sich, der aber laut Forbes wahrscheinlich unter 10% liegt [26]. Nachfolgend lässt sich theoretisch aus $r_{\text{FN,fit}}$ die Emissionsfläche ermitteln, was aber, wie im Kapitel zuvor erläutert, nicht ohne das Wissen des Verhältnisses α_{M} von der lokalen Emissionsstromdichte j_{L} zur makroskopischen Emissionsstromdichte j_{M} korrekt durchgeführt werden kann.

2.5.2. Murphy-Good-Plots

Aufgrund der häufig fehlerbehafteten Analyse, beispielsweise der Vernachlässigung von Korrekturfaktoren, der darauf aufbauenden Fehlberechnung des Feldverstärkungsfaktors γ_{C} oder der Emissionsfläche, wurde jüngst von Forbes eine abgewandelte Darstellungsform von Feldemissionsdaten vorgeschlagen [80]. Statt FN-Plots empfiehlt er die Verwendung von sogenannten Murphy-Good-Plots (MG-Plots). Diese sind für Emittoren aus Metallen mit einer wie von Murphy und Good angenommenen Schottky-Nordheim-Barriere als Potentialverlauf anwendbar. Dazu ist zunächst aus der in der Regel bekannten Austrittsarbeit ϕ des Feldemittermaterials ein Korrekturfaktor κ gemäß

$$\kappa := 2 - \frac{b_{\text{FN}} \cdot c_{\text{S}}^2}{6\sqrt{\phi}} \quad (2.42)$$

mit der Schottky-Konstanten

$$c_{\text{S}} := \sqrt{\frac{e^3}{4\pi\epsilon_0}}. \quad (2.43)$$

zu bestimmen. Anschließend wird $\ln(I/U^\kappa \cdot V/A)$ über $1/U$ aufgetragen und der Verlauf linear gefittet. Aus der so bestimmten Steigung $s_{\text{MG,fit}}$ lässt sich über

$$\gamma_{\text{C}} = -\frac{b \cdot \phi^{\frac{3}{2}} \cdot d_{\text{CE}}}{s_{\text{MG,fit}}} \quad (2.44)$$

der charakteristische Feldverstärkungsfaktor γ_{C} ermitteln. Die Herleitung der Gleichung (2.44) wird in Anhang A.1 detailliert ausgeführt. Zur Interpretation von MG-Plots lässt sich festhalten, dass bei identischen Abständen d_{CE} eine niedrigere Steigung im MG-Plot gemäß Gleichung (2.44) einem höheren Feldverstärkungsfaktor entspricht. Ein geringerer Ordinatenabschnitt $r_{\text{MG,fit}}$ kann auf eine geringere fiktive Emissionsfläche A_{n} hindeuten. Da $r_{\text{MG,fit}}$ aber auch von γ_{C} abhängt, siehe Anhang A.1, ist dies im Einzelfall genauer zu analysieren.

Eine entscheidende Eigenschaft aller drei genannten Darstellungsweisen liegt darin, dass beispielsweise Leckströme zwischen den beiden Elektroden aufgrund ihres Ohmschen Charakters einen stark nicht-linearen Verlauf in den Plots erzeugen und so direkt als solche erkannt werden können. Bei MG-Plots werden alle Korrekturfaktoren zudem implizit mit dem Faktor κ berücksichtigt. Somit ist die Bestimmung des Feldverstärkungsfaktors γ_{C} durch den Fit des MG-Plots weniger fehlerbehaftet als durch den Fit des FN-Plots. Im Folgenden werden aus den genannten Gründen MG-Plots zur Datenanalyse verwendet.

Nachdem die theoretischen Grundlagen für das Verständnis der Feldemission gelegt wurden, werden im folgenden Kapitel der Stand der Technik und Forschung im Bereich der Feldemitter bzw. der Feldemitter-basierten Vakuumelektronenquellen für den Einsatz in Ionisationsmanometer präsentiert.

3. Stand der Forschung und Technik im Bereich der Feldemitter-basierten Vakuumelektronenquellen

In diesem Kapitel wird zu Beginn eine Übersicht über die kommerziell erhältlichen, mit Glühkathoden ausgestatteten Ionisationsmanometer (IM) für die UHV/XHV-Druckmessung gegeben. Daraus lassen sich die geltenden Anforderungen an FE-basierte Vakuumelektronenquellen für den Einsatz in UHV- bzw. XHV-Ionisationsmanometer für kryogene Systeme ableiten. Anschließend wird der aktuelle Stand der Forschung und Technik im Bereich der Feldemitter präsentiert.

Seit der Entdeckung der Feldemission durch Wood [81] und deren Erklärung durch Fowler und Nordheim [21] wurde eine große Bandbreite an Materialien und Strukturen hinsichtlich ihrer Feldemissionseigenschaften untersucht. Jedoch gibt es bisher keinen Emittertypus, welcher sich besonders gegenüber anderen Emittlern auszeichnet und universell eingesetzt werden kann. Darum wird eine Kategorisierung der verschiedenen Feldemittertypen nach Erscheinungsform sowie Material vorgenommen. In diesem Zuge werden die jeweiligen Vor- und Nachteile der Feldemittertypen hinsichtlich des Einsatzes als Vakuumelektronenquelle in einem UHV-Ionisationsmanometer diskutiert. Ein besonderer Fokus wird auf Feldemitter gelegt, die bereits Anwendung in Ionisationsmanometern fanden. Eine umfassende Übersicht über den Stand der Forschung und Technik der FE-basierten Ionisationsmanometer liefert der Review-Artikel von Wilfert und Edelmann [22]. Neuere Entwicklungen wurden jüngst von Lotz in seiner Dissertation zusammengefasst [19].

3.1. Übersicht über Ionisationsmanometer für den UHV-Bereich

Die bisher entwickelten, auf FE-basierenden Ionisationsmanometer bauen auf klassischen Ionisationsmanometern mit Glühkathoden auf, wobei in der Regel die Glühkathode durch eine FE-Vakuumelektronenquelle ersetzt wird. Deswegen werden an dieser Stelle die verschiedenen Typen kommerziell erhältlicher, mit Glühkathoden ausgestatteter Ionisationsmanometer betrachtet. Anforderungen, wie beispielsweise der für die FE-Vakuumelektronenquellen zur Verfügung stehende Bauraum, werden direkt durch die Geometrie der Ionisationsmanometer vorgegeben. Die Grundlagen der Druckmessung durch Restgasionisation wurden bereits in Kapitel 2.1 besprochen.

Die derzeit eingesetzten Ionisationsmanometer entwickelten sich aus dem aus der Röhrentechnik bekannten Triodenaufbau [23]. Dabei befindet sich die Glühkathode innerhalb eines Anodenkäfigs, welcher wiederum von einem Ionenkollektor umgeben wird. Der Messbereich liegt in einem Bereich von 10^{-7} bis 10^{-2} mbar, wobei die untere Messgrenze maßgeblich vom sogenannten Röntgeneffekt bestimmt wird. Die Elektronen werden auf die Anode beschleunigt und können dort Röntgenphotonen erzeugen, welche wiederum am Ionenkollektor Elektronen auslösen können. Diese herausgelösten Elektronen können nicht vom Ionenstrom

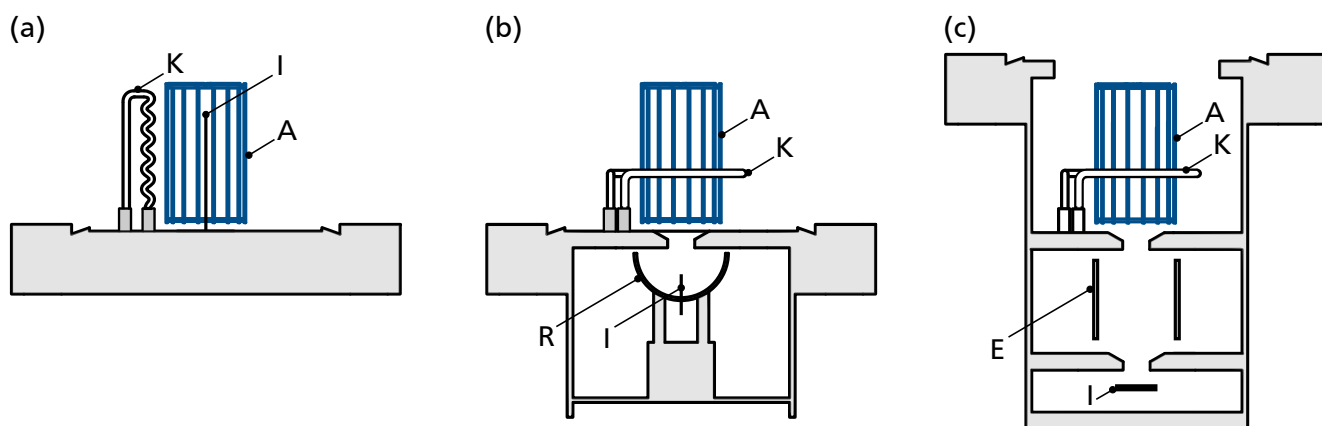


Abbildung 3.1.: Schematisch dargestellter Aufbau verschiedener kommerziell erhältlicher Ionisationsmanometer (IM): (a) Bayard-Alpert-IM, (b) Extraktor-IM, (c) AxTRAN-IM. Die Hauptkomponenten Glühkathode (K), Anodengitter (A) und Ionenkollektor (I) sind in allen dargestellten Konfigurationen markiert. Die Extraktor-IM und die AxTRAN-IM beinhalten weiterhin einen Reflektor (R) bzw. einen Energiefilter (E).

unterschieden werden und verfälschen die Ionenstrommessung. Die durch den Röntgeneffekt bestimmte Messgrenze wird folglich auch Röntgengrenze genannt.

Die Weiterentwicklungen des Triodenaufbaus zielen darauf ab, Störeffekte wie den Röntgeneffekt zu minimieren, und so die untere Messgrenze abzusenken. Weitere Störeffekte sind zum einen der ESD Effekt (Elektronen-stimulierte Desorption), bei dem durch das Auftreffen der Elektronen auf die Anodenoberfläche entweder neutrale Gasadsorbate oder auch Ionen in den Gasraum befreit werden. Gelangen diese Ionen zum Ionenkollektor, verfälschen sie das Messsignal, da sie ebenfalls zum Kollektorstrom beitragen. Zum anderen kann der sogenannte inverse Röntgeneffekt auftreten. Dieser beschreibt das Herauslösen von Elektronen aus der Vakuummesskammerwand durch an der Anode entstandene Röntgenphotonen, welche anschließend auf den Kollektor treffen [23].

Eine zentrale Idee zum Herabsenken des Röntgeneffekts stammt von Bayard und Alpert und entspricht der Verringerung der Oberfläche des Ionenkollektors. Bei diesem Aufbau wird die Glühkathode außerhalb des Anodenkäfes positioniert und ein stabförmiger Ionenkollektor mittig im Anodenkäfig platziert, wie in Abbildung 3.1 a) dargestellt. So kann die Röntgengrenze auf 10^{-10} bis 10^{-11} mbar verringert werden. In Tabelle 3.1 sind Kenndaten einiger kommerziell erhältlicher Bayard-Alpert-Ionisationsmanometer aufgelistet. Eine weitere Herabsenkung der Röntgengrenze kann erreicht werden, indem der Kollektor in einem von der Ionisation separierten Raum untergebracht wird. Diese Ionisationsmanometer werden auch Extraktorröhren genannt. Ein beispielhafter Aufbau ist in Abbildung 3.1 b) zu sehen. Die Röntgengrenze liegt abhängig vom Aufbau bei 10^{-12} mbar. Kenndaten kommerziell erhältlicher Extraktorröhren sind ebenfalls in Tabelle 3.1 gegeben.

Zusätzlich können Energiefilter bzw. Umlenkeinheiten verwendet werden, wie sie beispielsweise von Helmer oder Watanabe entwickelt wurden [82]. Kommerziell wurde dies in der sogenannten AxTRAN-Röhre verwirklicht, deren Aufbau in Abbildung 3.1 c) zu sehen ist. Bei dieser speziellen Messröhrengometrie werden die im Messraum gebildeten Ionen mithilfe einer sogenannten „Bessel Box“ separiert, welche die Gasphasenionen von den durch den ESD Effekt erzeugten Ionen anhand ihrer kinetischen Energie filtert. Durch die Trennung der Ionenstromanteile lassen sich mit dieser Messröhre Drücke bis $5 \cdot 10^{-13}$ mbar messend erfassen, siehe Tabelle 3.1.

Tabelle 3.1.: Übersicht über kommerziell erhältliche Ionisationsmanometer (IM) mit Glühkathoden

IM-Typ	Hersteller	Typenbezeichnung	Messbereich in mbar	Ref.
Bayard-Alpert	Agilent	UHV-24	$2 \cdot 10^{-11} - 1 \cdot 10^{-2}$	[83]
	Granville-Phillips	Series 274 Nude Gauge	$2 \cdot 10^{-11} - 1 \cdot 10^{-2}$	[84]
	Inficon	BAG050	$3 \cdot 10^{-11} - 1 \cdot 10^{-3}$	[85]
Extraktor	Leybold	IE 514	$2 \cdot 10^{-12} - 1 \cdot 10^{-4}$	[86]
AxTRAN	Ulvac	X-11 mit ISX2	$5 \cdot 10^{-13} - 1 \cdot 10^{-4}$	[87]

Ionisationsmanometer mit Glühkathoden haben einige Nachteile, die besonders in kryogenen UHV-Umgebungen unerwünscht sind [22]. Sie stören maßgeblich das thermodynamische Gleichgewicht, indem sie die Umgebung erhitzen. Der dadurch verursachte Temperaturunterschied bewirkt einen „thermischen Transpirationseffekt“ bei dem es in der unmittelbaren Umgebung zur Messröhre zu niedrigeren Restgas-teildichten kommt. So wird letztendlich die Druckmessung verfälscht. Der Effekt tritt umso mehr in Erscheinung, je größer der Temperaturunterschied zwischen der eigentlich zu messenden Restgasatmosphäre und der aufgewärmten Messröhenumgebung ist. Desweiteren verursachen diese Elektronenquellen eine Druckerhöhung durch Ausgasen der Glühkathode im Betrieb und gleichzeitiges Ausgasen von durch die Glühkathode erhitzten Komponenten in der Umgebung. Zusätzlich kann es aufgrund der hohen Temperaturen an der Glühkathode zu chemischen Reaktionen von und mit vorhandenen Restgasteilchen kommen.

Diese Nachteile teilweise aufzuheben und den Einsatz von Ionisationsmanometern in kryogenen UHV-Umgebungen zu ermöglichen, motiviert dazu, die Glühkathode durch FE-basierte Vakuumelektronenquellen zu ersetzen. Die generellen Vorteile von FE-basierten Elektronenquellen gegenüber Glühkathoden sind vor allem eine minimierte Störung des thermodynamischen Gleichgewichts in der Messumgebung sowie eine äußerst geringe Wahrscheinlichkeit der chemischen Reaktion mit den umgebenden Restgasen. Daneben sind der geringe Leistungsverbrauch, schnelle Reaktionszeiten, der geringe oder vernachlässigbare Eintrag thermischer Strahlung und die Abwesenheit von UV-Licht weitere zu nennende Vorteile [22].

Im folgenden Abschnitt wird dargelegt, welche Anforderungen FE-basierte Vakuumelektronenquellen erfüllen müssen, um in kryogenen UHV-Umgebungen eingesetzt werden zu können.

3.2. Anforderungen an Feldemitter für den Einsatz als Vakuumelektronenquellen in Ionisationsmanometern

Der Einsatz von Feldemittern als Elektronenquellen in Ionisationsmanometern für die Vakuummessung in kryogenen UHV-Umgebungen stellt besondere Anforderungen an die Materialien, die Langzeitstabilität und charakteristische Feldemissionseigenschaften.

Zum einen müssen die Elektronenquellen einen ausreichend hohen Emissionsstrom liefern. Dieser sollte in der Größenordnung der von konventionellen Glühkathoden gelieferten Ströme liegen, also folglich insgesamt im Bereich von 0,1 bis 1 mA, wie auch in Kapitel 2.1 illustriert wurde. Dies lässt sich beispielsweise durch den parallelen Betrieb mehrerer Elektronenquellen erreichen. Gleichzeitig sollte dieser Emissionsstrom bei möglichst kleinen Extraktionsspannungen erreicht werden. Klassischerweise liegen bei

kommerziellen Glühkathoden-Ionisationsmanometern zwischen der Glühkathode und der Anode Spannungen im Bereich von 100 bis 200 V an [83–86]. Demnach sollte die Extraktionsspannung darunter liegen, damit die emittierten Elektronen in den Bereich zwischen Extraktionsgitter und Anode gezogen werden. Alternativ muss die Anodenspannung erhöht werden.

Der Einsatz in XHV-Umgebungen schränkt zudem die Auswahl an verwendbaren Materialien ein. Das wichtigste Kriterium ist, dass die verwendeten Materialien im Vakuum wenig oder zumindest nur moderat ausgasen. Gleiches gilt für die Verbindung der Bauteile. Dementsprechend sind beispielsweise Verbindungsverfahren wie Kleben oder Löten mit Weichlot nicht geeignet. Eine Übersicht über vakuumtaugliche Materialien, Komponenten und Verbindungen bietet beispielsweise das Buch „Ultrahigh vacuum practice“ von G. F. Weston [88].

Für die Verwendung FE-gestützter Ionisationsmanometer in kryogenen Vakuumsystemen müssen deren Vakuumelektronenquellen zusätzliche Anforderungen hinsichtlich ihrer Langzeitstabilität erfüllen. In der Regel werden Tieftemperatur-Vakuumsysteme von Beschleunigern nur in äußerst dringenden Wartungsfällen aufgewärmt und belüftet. Somit ist ein Austausch von Emittern in Ionisationsmanometern nur sehr selten möglich, wodurch die Elektronenquellen von Ionisationsmanometern ein über einen Zeitraum von einigen 10.000 Stunden annähernd gleichbleibendes Emissionsstromverhalten ohne nennenswerte Verluste aufweisen müssen [16].

Weiterhin ist zu beachten, dass der Bauraum für den Einbau der Vakuumelektronenquellen stark limitiert ist, was in Abbildung 3.2 illustriert wird. Es ist geplant, in einer späteren Ausbaustufe des SIS100 Ionisationsmanometer über DN40CF Flanschabgänge an ausgewählten Positionen des kryogenen Vakuumsystems zu installieren. Zu diesem Zweck sollen Extraktorröhren vom Typ Leybold IE 514 mit FE-basierten Vakuumelektronenquellen bestückt werden. Die Anodengitter dieser Ionisationsmanometer haben einen Durchmesser von ca. 15 mm und eine Höhe von ca. 25 mm [86]. Bei einer ringförmigen Anordnung der Elektronenquellen um das Anodengitter sind folglich durch diese Geometrien die Randbedingungen an die Gesamtgröße vorgeschrieben. Zudem haben Simulationen von Lotz [19] ergeben, dass die Elektronenquellen idealerweise im unteren Drittel des Anodengitters positioniert werden. Dies entspricht einer Installationshöhe von ca. 8 bis 9 mm. So kann die mittlere Länge der Elektronentrajektorien und damit die Ionisationswahrscheinlichkeit maximiert werden. In diesem Bereich müssen die Elektronenquellen justiert und auch elektrisch kontaktiert werden.

Eine weitere wichtige Anforderung an die Elektronenquellen ergibt sich aus der Notwendigkeit, dass FE-basierte Ionisationsmanometer vor deren Einsatz kalibriert werden müssen. Eine Kalibrierung kann nur unter Raumtemperaturbedingungen erfolgen. Um die Messröhre über einen möglichst großen Druckbereich kalibrieren zu können, muss das Vakuumsystem, in dem das Ionisationsmanometer kalibriert wird, üblicherweise bei Temperaturen zwischen 200 bis 300 °C ausgeheizt werden [16]. Die Elektronenquellen müssen diesen Ausheizvorgang unbeschadet überstehen können.

Die wichtigsten und definitiv erforderlichen Anforderungen sind in Tabelle 3.2 zusammengefasst.

Nachdem die Anforderungen an die Vakuumelektronenquellen formuliert wurden, wird ein Blick auf den Stand der Technik und Forschung im Bereich der Feldemitter geworfen, um daraus mögliche geeignete Kandidaten für den Einsatz in FE-basierten Vakuumelektronenquellen für kryogene Messumgebungen zu identifizieren.

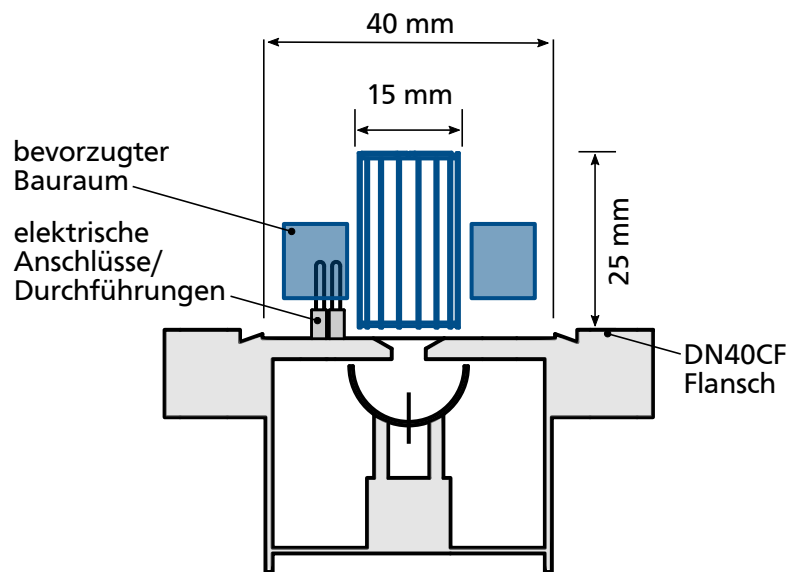


Abbildung 3.2.: Schematischer Querschnitt mit Bemaßung eines Extraktor-IMs vom Typ Leybold IE514. Der zur Verfügung stehende Bauraum wird maßgeblich durch den Rohrrinnendurchmesser des Flanschrohrs zum Vakuumsystems sowie dem Außendurchmesser des Anodengitters bestimmt.

Tabelle 3.2.: Liste der wichtigsten Anforderungen an FE-basierte Vakuumelektronenquellen für den Einsatz in den kryogenen UHV-Umgebungen des Beschleunigers SIS100

Anforderung	Wert
Emissionsstrom	0,1 mA ... 1 mA
Materialien	vakuumtauglich
Verbindungen	vakuumtauglich
Bauraum	passend für Leybold IE 514
Lebensdauer / Langzeitemissionsstabilität	> 10 000 h

3.3. Übersicht über bisher erforschte Feldemitter

Es steht eine Vielfalt an Materialien und Herstellungsverfahren zur Fertigung von Feldemittern zur Verfügung. Bisher lässt sich nicht feststellen, dass sich ein Typ oder Material besonders gegenüber den anderen Emitttern auszeichnet und universell eingesetzt werden kann. Im Folgenden wird eine zum einen historisch motivierte, zum anderen am Erscheinungsbild orientierte Kategorisierung vorgenommen. Dafür wird zwischen Einzelemitttern, Spindt-Arrays (oder „Spindt-ähnliche Arrays“) und großflächigen Feldemittern ohne Gate-Elektrode unterschieden, da die gewählte Geometrie der Feldemitter den Aufbau einer Vakuumelektronenquelle maßgeblich bestimmt. Ein besonderer Fokus wird auf die großflächigen Feldemitter ohne Gate-Elektrode gelegt, weshalb innerhalb dieser Kategorie zusätzlich nach Material klassifiziert wird. Der präsentierte Überblick hat keinen Anspruch auf Vollständigkeit.

Insbesondere aufgrund der großen Bandbreite an untersuchten Materialien und Strukturen, ist eine Kategorisierung und Bewertung von Feldemittern hinsichtlich der in Kapitel 3.2 dargelegten Anforderungen eine Herausforderung. In der Literatur lassen sich drei Kennzahlen finden, die als Maß für die Güte der

Feldemitter angesehen werden können. Der **Feldverstärkungsfaktor** beschreibt, wie bereits in Kapitel 2 dargelegt, die Verstärkung des elektrischen Feldes an den Emitterstrukturen und wird klassischerweise aus Fowler-Nordheim-Plots gewonnen, siehe Abschnitt 2.5.

Das **turn-on field** oder auch **onset field** markiert den Schwellenwert des angelegten elektrischen Feldes, ab dem eine Feldemission messbar ist. Es gibt keine einheitliche Definition für das turn-on field. Unter anderem ist es als das elektrische Feld definiert, bei dem beispielsweise ein Emissionsstrom von 1 nA emittiert wird [89] oder bei dem eine makroskopische Emissionstromdichte von $10 \mu\text{A}/\text{cm}^2$ gemessen wird [90]. Gerade bei großflächigen Feldemittern ist ein Bezug auf die Grundfläche des Arrays sinnvoll. Die resultierende makroskopische Stromdichte j_M darf aber nicht mit der charakteristischen Stromdichte j_C oder der lokalen Stromdichte j_L verwechselt werden, sondern sollte als rein technische, auf den Bauraum bezogene Kenngröße angesehen werden, wie bereits in Abschnitt 2.2.4 diskutiert wurde. Ähnlich zum turn-on field wird das sogenannte **threshold field** als Anforderungsmaß verwendet. Auch hier gibt es keine klare Definition, aber üblicherweise wird es als das elektrische Feld angenommen, ab dem eine makroskopische Emissionsstromdichte von $10 \text{ mA}/\text{cm}^2$ gemessen wird [90]. Das threshold field kann als Richtwert für den Einsatz von Feldemittern angesehen werden, jedoch wird dieser Wert sehr selten explizit angegeben.

Diese drei Kennzahlen sind von dem konkreten Aufbau der Feldemitter unabhängig und lassen folglich eine typen-unabhängige Beurteilung hinsichtlich der Emissionleistung zu. Im Grunde wird in allen Veröffentlichungen zu Feldemittern der Feldverstärkungsfaktor ermittelt und genannt. Wie bereits dargelegt, sind allerdings aufgrund fehlerhafter Herleitung manche Feldverstärkungsfaktoren als unrealistisch oder sogar falsch anzusehen [26]. Teilweise wird außerdem das onset field angegeben, wobei die unterschiedlichen Definitionen einen Vergleich erschweren. Dies macht eine generelle Bewertung der Feldemitter und ihrer Eigenschaften schwierig. Nichtsdestotrotz werden im Folgenden Richtwerte für die Feldverstärkungsfaktoren je nach Emittertyp angegeben.

Die größte Herausforderung für den Einsatz von Feldemittern in Ionisationsmanometern stellt ein stabiles Emissionsverhalten auf längeren Zeitskalen dar. Nur in wenigen Fällen wurden Feldemitter bezüglich ihres Langzeitverhaltens unter Emission untersucht und insbesondere Untersuchungen mit über 1000 bis 10.000 Betriebsstunden sind äußerst selten [91–93]. FE-basierte Ionisationsmanometer lassen sich nicht kontinuierlich bei Drücken oberhalb von 10^{-4} mbar betreiben, da mit steigendem Druck vermehrt Gasteilchen zwischen Extraktionsgitter und Feldemitterkathode ionisiert werden und auf die Emitterspitzen beschleunigt werden. Gerade dieses Abspattern der Spitzen, also der Materialabtrag der Feldemitterspitzen durch das Bombardement der im Raum zwischen Kathode und Extraktionsgitter erzeugten Ionen, führt zu einer Verschlechterung der Emissionseigenschaften [94]. Dies kann sowohl druck- als auch zeitbedingt sein. Einen Ausweg bietet der gepulste Betrieb [95]. Dieser Sputtereffekt läuft zwar auch unter UHV-Bedingungen ab, bewirkt jedoch erst auf langen Zeitskalen eine merkliche Abnahme des Emissionsstroms. Die Verschlechterung der Emissionseigenschaften ist in der Regel irreversibel.

Abgesehen von den bereits genannten Kenngrößen werden auch die anderen Kriterien, wie beispielsweise Ausgasverhalten oder Langzeitstabilität, in die Diskussion einbezogen, wenn dazu im Rahmen der durchgeführten Literaturrecherche Studien gefunden wurden [96, 97].

3.3.1. Einzelemitter

In den ersten Studien zur Feldemission wurden einzelne Spitzen als Feldemitter untersucht [47, 81]. Insbesondere Wolfram-Spitzen wurden genau erforscht und fanden ihren Weg in die Anwendung, beispielsweise in Feldemitter-basierten Elektronenquellen für Rasterelektronenmikroskope (FE-SEM) [30]

oder Ionisationsmanometer [98, 99]. Diese Studien bieten eine wichtige Grundlage für die Deutung von experimentellen Daten von Kathoden mit vielen Feldemittern, da sowohl die Form als auch die Emission der einzelnen Spitzen analysiert wurde.

Einzelemitter haben eine hohe Ausfallwahrscheinlichkeit und müssen aufgrund der zeitlichen Degradation langfristig mit hohen Feldstärken betrieben werden. Sie sind daher für den Einsatz als Vakuumelektronenquellen für Ionisationsmanometer uninteressant, auch weil ihre Betriebsspannung typischerweise im kV-Bereich liegt [22] und die so erzeugten Elektronen nicht optimal für die Ionisation von Restgasatomen geeignet sind [23].

3.3.2. Spindt-Arrays und Spindt-ähnliche Feldemitterarrays

Anfang der 1970er Jahre entwickelte Charles A. Spindt einen Herstellungsprozess für Feldemitter-Arrays aus Molybdän-Konen [100]. Dieser erlaubte erstmalig die gezielte Fertigung von Arrays mit Mikro- bzw. Nanostrukturen mit sehr nah platzierter Extraktionselektrode und legte die Grundlage für die Entwicklung von Feldemitter-Displays (FEDs), welche bis um die Jahrhundertwende vorangetrieben wurde. Jedoch kam es schließlich aufgrund der hohen Kosten des Herstellungsprozesses zu keiner großflächigen Markteinführung von FEDs [101, 102].

Der von Spindt entwickelte Herstellungsprozess [100] wird anhand von Abbildung 3.3 illustriert. Ein mit einer Siliziumdioxid-Schicht (SiO_2) bedeckter Siliziumwafer (Si) wird mit Molybdän und einem Photolack beschichtet. In den Lack werden mittels Photolithografie kreisförmige Löcher mit einem Durchmesser von ca. $1\ \mu\text{m}$ strukturiert. Die darunterliegende Molybdänschicht wird an den freiliegenden Stellen weggeätzt und der zuvor als Ätzmaske dienende Photolack danach wieder entfernt. Die strukturierte Molybdänschicht dient ihrerseits nun als Ätzmaske für die SiO_2 -Schicht, welche mit Flusssäure bis zum Bulk-Silizium entfernt wird. Dabei tritt eine Unterätzung des Molybdäns auf. Der Wafer weist dann den in Abbildung 3.3 (a) dargestellten Querschnitt auf. Anschließend wird eine Aluminiumschicht (Al) in einem sehr niedrigen Einfallswinkel bei rotierendem Substrat aufgebracht, um so eine hohe Kantenbedeckung zu erhalten und die Lochöffnung auf einen gewünschten Durchmesser zu verringern, siehe Abbildung 3.3 (b). Im nächsten Schritt wird der Wafer mittels Elektronenstrahlverdampfer senkrecht zur Oberfläche mit Molybdän beschichtet. Dabei entstehen in den Löchern auf dem Siliziumsubstrat Konen, da sich gleichzeitig die Löcher

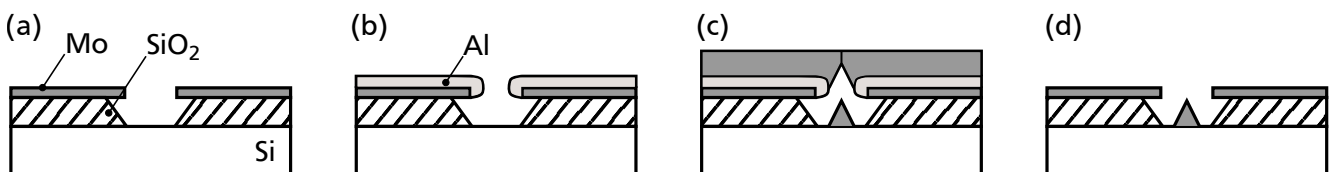


Abbildung 3.3.: Herstellungsverfahren von Spindt-Arrays [100]: (a) Ein mit Siliziumdioxid (SiO_2) und Molybdän (Mo) beschichteter Siliziumwafer (Si) wird mittels Photolithografie so prozessiert, dass anschließend kreisförmige Löcher in der Mo-Schicht vorhanden sind. Danach wird das SiO_2 bis zum Bulk-Si geätzt, wobei das Mo dabei unterätzt wird. (b) Nachfolgend wird eine Schicht Aluminium (Al) unter einem sehr kleinen Einfallswinkel aufgebracht. (c) Der Wafer wird senkrecht zur Oberfläche mittels Elektronenstrahlverdampfung mit Mo beschichtet. In den Löchern wächst ein Konus, während sich gleichzeitig die Öffnungen der Löcher schließt. (d) Mit dem Entfernen der Al-Schicht durch Lift-Off wird die bei der Konenherstellung entstandene obere Mo-Schicht entfernt.

schließen, siehe Abbildung 3.3 (c). Zuletzt wird die außerhalb der Löcher entstandene Molybdänschicht mittels Lift-Off der Aluminium-Schicht entfernt, siehe Abbildung 3.3 (d).

Die Molybdän-Schicht dient als Extraktionselektrode. Sie ermöglicht hohe Feldstärken aufgrund der kleinen Abstände zu den in den Löchern befindlichen Molybdän-Konen. Durch diese Konfiguration sind bereits bei Spannungen in der Größenordnung von 100 V Gesamtemissionsströme im mA-Bereich erreichbar [100]. In Analogie zu Feldeffekttransistoren wird die Extraktionselektrode auch als Gate-Elektrode bezeichnet. Arrays mit einer so angeordneten Gate-Elektrode werden als Spindt-Arrays oder auch Spindt-ähnliche (engl. „Spindt-type“) Feldemitter bezeichnet. Der Begriff field emitter array (FEA) wird häufig als Synonym für diesen Emittertyp verwendet.

Hinsichtlich der Emissionseigenschaften sind FEAs als Vakuumelektronenquellen für FE-basierte Ionisationsmanometer überaus interessant. Ein entscheidender Nachteil ist jedoch, dass die kleinen Abstände zwischen Konus und Gate-Elektrode unerwünschte Plasmazündungen begünstigen. Im Falle eines sich so bildenden Kurzschlusses an einem einzigen Konus fällt dadurch das gesamte Array aus. In der Literatur lassen sich detaillierte Dokumentationen über Ausfälle dieser Art finden [103, 104]. Eine irreversible Schädigung lässt sich jedoch z.B. durch den geschickten Einbau einer Isolationsschicht als Serienwiderstand verhindern. FEAs wurden bereits als Elektronenquellen sowohl in Bayard-Alpert-Ionisationsmanometern [95, 105] als auch Extraktor-Ionisationsmanometern [82, 106, 107] untersucht. FEAs basierend auf dem ursprünglichen Herstellungsprozess lassen sich jedoch nicht für UHV-Ionisationsmanometer in kryogenen Systemen verwenden, da das Bulk-Silizium bei kryogenen Temperaturen nicht elektrisch leitfähig ist und somit keine Feldemission stattfinden kann. Folglich ist ein Halbleiter-Bulkmaterial ungeeignet und ein abgewandelter Herstellungsprozess notwendig.

Basierend auf vollständig metallischen FEAs hat Lotz jüngst im Rahmen seiner Dissertation die Einsatzmöglichkeiten von FEAs für Ionisationsmanometer in kryogenen UHV-Umgebungen erforscht [19]. Der Herstellungsprozess der am Paul-Scherrer-Institut gefertigten FEAs beruht auf der galvanischen Abformung von einem auf einem Silizium-Wafer hergestellten Array aus pyramidalen Vertiefungen [108]. Der Prozess ist detailliert in Abbildung 3.4 dargestellt und beschrieben.

Die FEAs konnten bei den experimentellen Untersuchungen von Lotz nicht überzeugen, da bereits bei unzureichenden Emissionsströmen von $< 20 \mu\text{A}$ Kurzschlüsse zwischen Gate-Elektrode und Substratkathode auftraten. Die FEAs konnten durch die Kurzschlüsse anschließend nicht weiter verwendet werden, siehe Abbildung 3.5.

Außerdem beobachtete er im Betrieb der FEAs Druckschwankungen, was auf ein starkes Ausgasen der FEAs während der Feldemission hindeutet und sich mit in der Literatur zu findenden Untersuchungen deckt [97]. Von einem Betrieb der FEAs in einem kryogenen System wurde abgesehen und von Lotz generell abgeraten.

3.3.3. Großflächige Feldemitterarrays

In Abgrenzung zu Spindt-Arrays bzw. FEAs werden großflächige Feldemitterarrays ohne Gate-Elektrode als „large area field emitter“ (LAFE) bezeichnet. Diese können sich hinsichtlich Herstellungsverfahren, Form und Material stark voneinander unterscheiden. Aus diesem Grund wird im Folgenden eine Einteilung basierend auf untersuchten Materialien durchgeführt und dafür zwischen Kohlenstoff-basierten, Halbleiter-basierten und metallischen Feldemittern unterschieden.

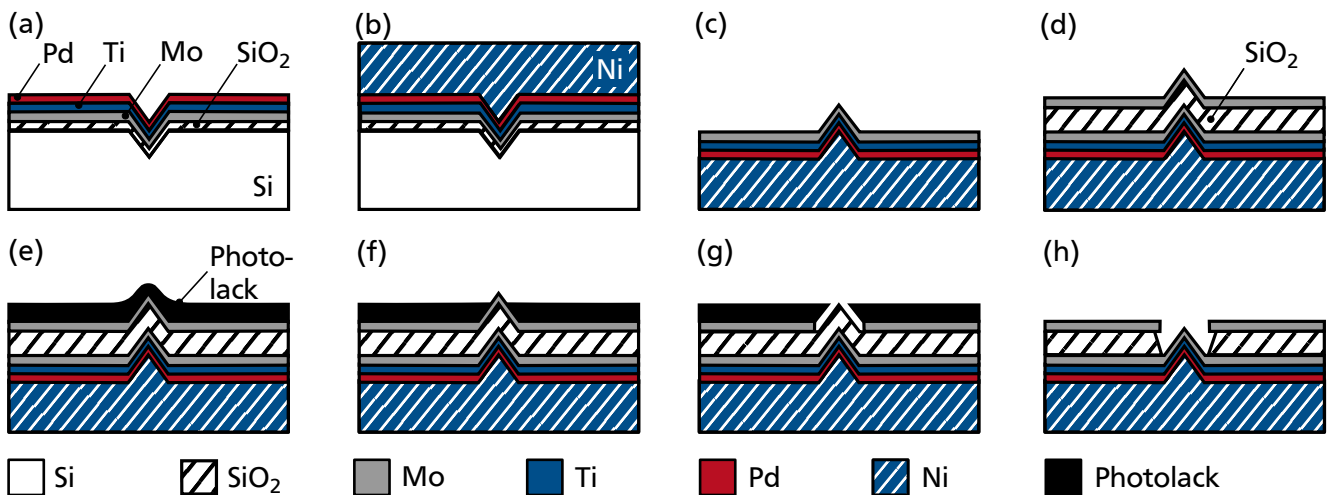


Abbildung 3.4.: Herstellungsverfahren von Spindt-Arrays mit vollständig metallischen Emittlern nach Kirk et al. [108]: In einen Silizium-Wafer (Si) werden mit Kaliumhydroxid (KOH) nasschemisch pyramidale Vertiefungen geätzt. Dabei wird eine oberflächliche, durch thermische Oxidation des Si erzeugte Siliziumdioxid-Schicht (SiO_2) als Ätzmaske verwendet und das anisotrope Ätzverhalten von Si ausgenutzt. Anschließend wird das SiO_2 entfernt und durch thermische Oxidation erneut eine Schicht SiO_2 auf der Oberfläche erzeugt. (a) Danach werden eine 1 μm dicke Schicht Molybdän (Mo), eine 100 nm dicke Schicht Titan (Ti) und eine 200 nm dicke Schicht Paladium (Pd) aufgesputtert. (b) Diese dienen als Startschicht für eine galvanische Abscheidung von Nickel (Ni), welches bis zu einer Dicke von 500 μm aufgewachsen wird. (c) Sowohl das Si als auch das SiO_2 werden anschließend vollständig nasschemisch entfernt, wodurch anschließend das Ni als Substrat dient. (d) Durch plasma-unterstützte chemische Gasphasenabscheidung (PECVD) wird eine als Isolator dienende, 1 μm dicke SiO_2 -Schicht und mittels Sputtern eine als Gate-Elektrode dienende, 500 nm dicke Mo-Schicht aufgebracht. (e) Um den Emitter nun freizulegen, wird ein Photolack aufgeschleudert und (f) durch O_2 -Plasmaätzung von den Spitzen entfernt. (g) Nachfolgend wird das Mo nasschemisch von der Spitze geätzt. (h) Ähnlich wird mit der SiO_2 -Schicht verfahren, wobei das Mo unterätzt wird. Zuletzt wird der Photolack wieder entfernt.

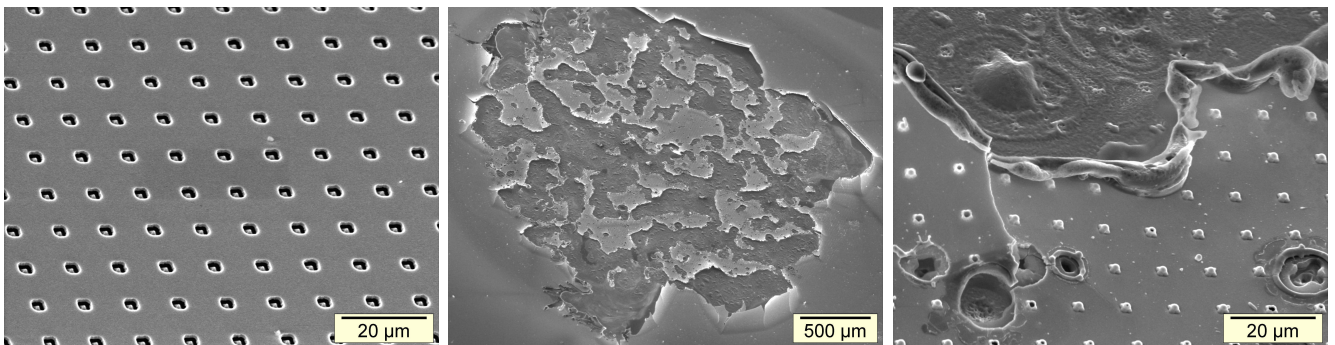
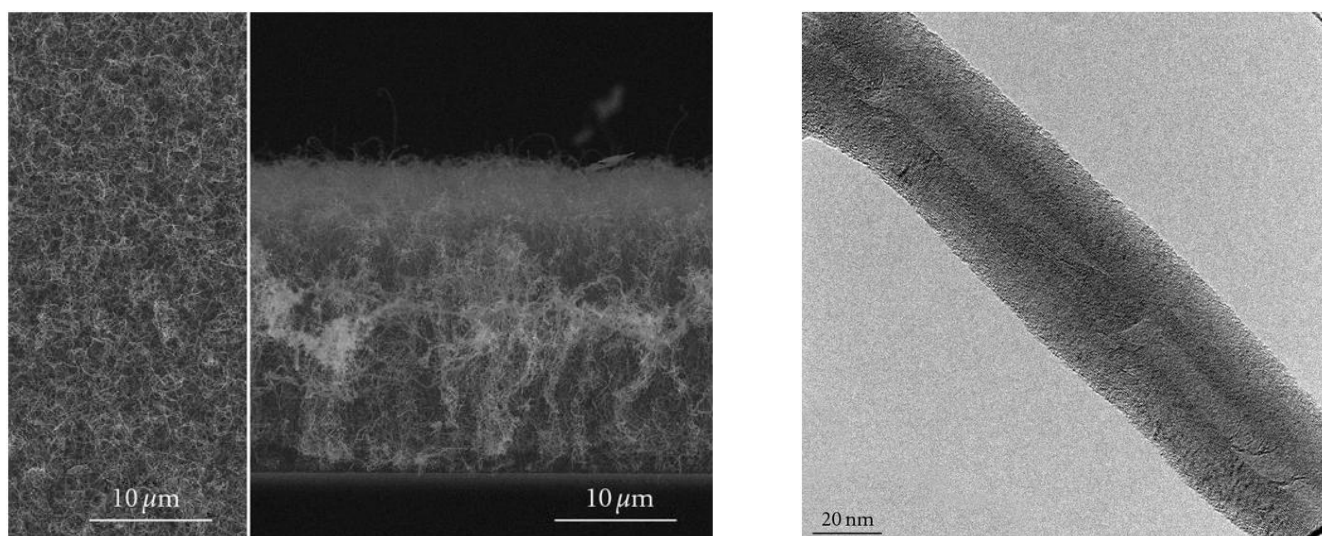


Abbildung 3.5.: Rasterelektronenmikroskop-Aufnahmen eines intakten FEAs (links) und sowohl Übersicht als auch vergrößerte Ansicht eines defekten FEAs (Mitte und rechts). Aus Lotz, Dissertation, 2019, S. 69, Abb. 6.1, [19].



(a) Übersichtsaufnahme von MWNTs von oben (links) und von der Seite (rechts). Entnommen aus Huang et al., 2012, S.2, Abbildung 2 (b), [110]; veröffentlicht unter Creative Commons.

(b) Detaillierte REM-Aufnahme eines MWNTs. Entnommen aus Huang et al., 2012, S.2, Abbildung 3 (b), [110]; veröffentlicht unter Creative Commons.

Abbildung 3.6.: Exemplarische Rasterelektronenmikroskop-Aufnahmen von Emitterfilmen aus Multiwall-Nanotubes (MWNTs).

Kohlenstoff-basierte Feldemitter

Aufgrund ihrer außergewöhnlichen Materialeigenschaften sind Kohlenstoffnanoröhrchen, engl. Carbon nanotubes (CNTs), in den letzten Jahren ausführlich in vielen Bereich untersucht worden, so auch hinsichtlich ihrer Feldemissionseigenschaften. Sie bilden die eindeutige Mehrheit der bisherigen Feldemitterstudien [109].

Es wird grundsätzlich zwischen Single-Wall CNTs (SWNTs) und Multi-Wall CNTs (MWNTs) unterschieden [91]. SWNTs bezeichnen einwandige Kohlenstoff-Röhrchen, deren Wand nur durch eine Monolage Graphen gebildet wird, wohingegen MWNTs mehrlagige Wände aufweisen. Beide CNT-Typen haben verschiedene elektrische Eigenschaften [109]. SWNTs zeigen je nach Geometrie entweder metall-artige oder halbleiter-artige Eigenschaften, wohingegen MWNTs halb-metallische Eigenschaften aufweisen. Beispielhaft sind in Abbildung 3.6 (a) und 3.6 (b) REM-Aufnahmen von MWNTs gezeigt.

Es gibt drei Hauptherstellungsverfahren für CNTs [91]. Zum einen ist die Fertigung mittels Lichtbogenentladung zu nennen, bei der zwischen zwei Kohlenstoffelektroden ein Lichtbogen innerhalb eines Gasgemisches gezündet wird. Je nach Gaszusammensetzung können sowohl MWNTs als auch SWNTs hergestellt werden. Weiterhin ist es möglich, mittels Laserablation durch den Beschuss eines Kohlenstoff-Targets und anschließender Kondensation innerhalb der Kohlenstoff-Dampf Wolke ebenfalls SWNTs zu synthetisieren. Die dritte Methode ist das Wachstum von sowohl SWNTs als auch MWNTs auf Oberflächen mittels Gasphasenabscheidung, engl. chemical vapor deposition (CVD). Dabei wird ein Wasserstoffkohlenstoffgas (C_2H_2) an katalytisch wirkenden Übergangsmetallen, wie z.B. Nickel, in einem CVD-Reaktor zersetzt und sich die Kohlenstoffatome an den Übergangsmetallen anlagern, wodurch CNTs wachsen [109]. Dieses Verfahren eignet sich besonders zur Herstellung geordneter Feldemitterarrays [111]. Je nach Herstellungsverfahren und vorheriger Strukturierung der Katalysatorflächen bilden sich „rasenförmige“ Schichten mit ungeord-

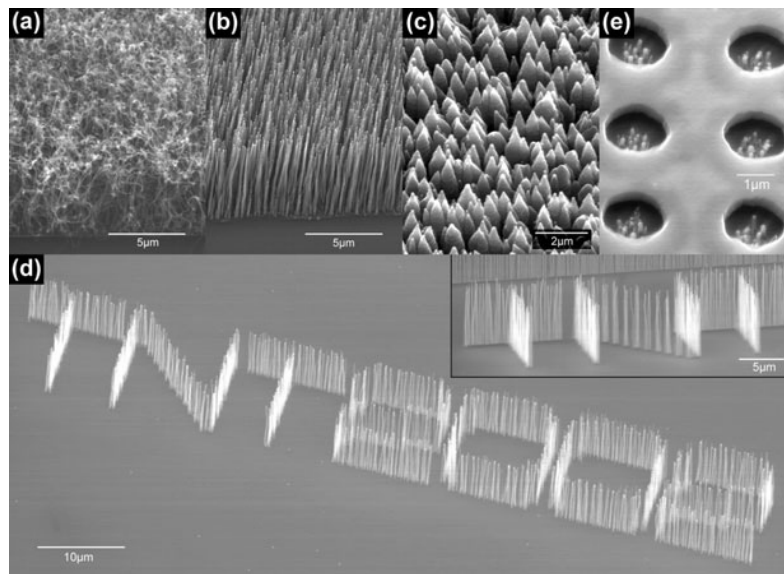


Abbildung 3.7.: Illustration der verschiedenen Gestaltungsmöglichkeiten von CNTs. (a) Ungeordnete, mittels CVD abgeschiedene CNTs. (b) Vertikal ausgerichtete CNTs, hergestellt mittels plasma-unterstützte chemische Gasphasenabscheidung (PECVD). (c) Konisch geformte CNTs, welche durch einen höheren C_2H_2 -Gasfluss während des PECVD-Prozesses hergestellt werden können. (d) Nach einem Muster geordnetes Wachstum von vertikal ausgerichteten CNTs. (e) In ein FEA integriert gewachsene CNTs. Entnommen aus Teo et al., 2003, S.2, Abb. 1, [111].

neten CNTs oder auch Arrays und Patches mit vertikal wachsende CNTs, wie in den Abbildungen 3.7 (a) bis (e) dargestellt [109, 111–113].

Über den Herstellungsprozess lassen sich beispielsweise das Aspektverhältnis und die Dichte der CNTs optimieren. Aufgrund des hohen Aspektverhältnisses von Durchmesser zu Länge zeigen CNTs stets Feldverstärkungsfaktoren oberhalb von 1000. In Anbetracht dieser Eigenschaften wurden CNTs bereits als Einzelemitter [69, 114–117], als Emitter in FEAs [118] und als LAFE in Form von großflächig aufgetragenen „rasenförmigen“ Schichten [62, 119] oder geordneten Patches [113] untersucht. In den letzten Jahren wurden so auch mit CNTs bestückte FE-Kathoden in Ionisationsmanometern getestet. Dies erfolgte zunächst in Bayard-Alpert-Messröhren [120–123] und nachfolgend vermehrt in Extraktormessröhren [124–128].

Vor Kurzem wurden CNTs von Lotz speziell hinsichtlich des Einsatzes in kryogenen UHV-Systemen getestet und dafür sowohl in einem Extraktor- als auch in einem AxTran-Ionisationsmanometer eingebaut [19]. Die vom Autor untersuchten CNT-Emitter lieferten unter kryogenen UHV-Bedingungen (5 K), bei der nur noch Wasserstoff als Restgas dominant war, einen über 60 Stunden konstanten Transmissionsstrom von ca. 276 µA bei einer Extraktionsspannung von 605 V. Eine Wiederholung der Messung unter Raumtemperatur-UHV-Bedingungen zeigte hingegen eine zeitliche Abnahme des Emissionsstroms, was auf eine Degradation der CNTs hindeutet. CNTs sind somit ein vielversprechender Kandidat für mögliche Feldemitter-basierte Vakuumelektronenquellen, die in Ionisationsmanometern für UHV-Umgebungen, insbesondere auch im SIS100, verwendet werden könnten. In der Literatur sind Untersuchungen zu finden, die zeigen, dass sich die Temperatur der CNTs während des Betriebes stark erhöhen und damit auch die kryogene Umgebung aufgeheizt werden kann [117]. Ein Erhitzen der Umgebung wurde bei den Experimenten von Lotz aber nicht festgestellt.

Neben CNTs wurden bisher ebenfalls Feldemitterstrukturen bestehend aus Diamant [129] oder auch Gra-

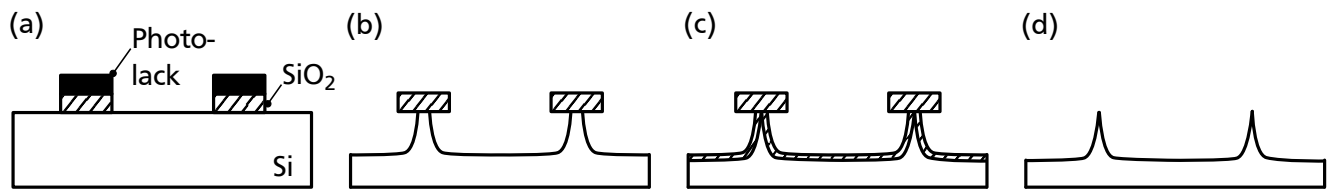


Abbildung 3.8.: Herstellungsverfahren von Silizium-LAFE: (a) Mithilfe einer Lackschicht und nasschemischer KOH-Ätzung werden kreisförmige SiO₂-Flächen freigelegt. (b) Das SiO₂ dient als Maskierung für eine nachfolgende Unterätzung mittels Reactive Ion Etching (RIE). (c) Es folgt thermisches Oxidieren. (d) Zuletzt wird mittels KOH-Ätzung das SiO₂ entfernt und es entstehen freistehende konische Si-Emitter.

phene [130] untersucht. Diese sind aber im Vergleich zu CNTs aufgrund ihrer geringeren Aspektverhältnisse und damit schlechteren Feldemissionseigenschaften weniger interessant.

Halbleiter-basierte Feldemitter

Neben Kohlenstoff-basierten Feldemittern werden auch Halbleiter-basierte Feldemitter untersucht. Ein Grund dafür liegt in den bereits gut erforschten und kontrollierbaren Prozessen zur Herstellung von Silizium-Strukturen und damit einer hohen Reproduzierbarkeit der Emitterspitzen. Halbleiter-basierte Feldemitter sind für den speziellen Fall des Einsatzes als Elektronenquellen in kryogenen Umgebungen ungeeignet, da diese bei tiefen Temperaturen kaum oder keine elektrische Leitfähigkeit mehr aufweisen und als Isolatoren anzusehen sind. Nichtsdestotrotz soll ein kurzer Überblick über den Stand der Technik und Forschung gegeben werden.

Der Großteil der bisher untersuchten Silizium (Si)-Feldemitter basiert auf dem Unterätzen einer Maske mittels Reactive Ion Etching (RIE), thermischer Oxidation des Siliziums an der Oberfläche und dem anschließenden nasschemischen Entfernen mittels KOH [131–136]. Der Herstellungsprozess ist in Abbildung 3.8 schematisch dargestellt.

Daneben wurden auch bereits Si-Emitter mittels der Vapor-Liquid-Solid Methode (VLS) hergestellt [137, 138], d.h. durch eine katalysatorgestützte chemische Gasphasenabscheidung. Neuste Verfahren stellen dabei die Fertigung von Emittern durch Kurzpuls-Laserstrukturierung dar, optional mit nachfolgender TMAH-Ätzung [89, 139, 140]. Weitere untersuchte Halbleiter sind beispielsweise Galliumnitrid (GaN) [141–144], Indiumoxid (In₂O₃) [145] oder auch Zinksulfid (ZnS) [146].

In Abhängigkeit von ihrer Dotierung zeigen Halbleiter-basierte Feldemitter ein völlig unterschiedliches Emissionsverhalten. Während n-dotierte Halbleiter-basierte Feldemitter ein metallisches Verhalten aufweisen, zeigen p-dotierte Halbleiter-basierte Feldemitter ein Sättigungsverhalten im Strom [89, 132]. Diese Stromlimitierung durch Sättigung der Ladungsträgerdichte bringt eine Stabilisierung des Emissionsstroms mit sich, aber bringt ein Erreichen hoher Emissionsstromdichten nur unter vergleichsweise hohen Spannungen mit sich.

Abhängig vom Aspektverhältnis werden hohe Feldverstärkungsfaktoren oberhalb von 1000 erreicht. Bisherige Langzeitstudien zeigen stabile Emissionsströme im unteren µA-Bereich bei Extraktionsspannungen von wenigen hundert Volt [140].

Metallische Feldemitter

Metallische LAFE werden in der Regel durch Membran-basierte galvanische Abscheidung hergestellt. Dabei dient eine Membran, welche typischerweise aus anodisches Aluminiumoxid (AAO) [147, 148] oder Ionenspur-geätzten Polymerfolien [149–154] besteht, als Vorlage für das Wachstum der Nanostrukturen. Die Feldemitter sind folglich aus allen Metallen herstellbar, für die Elektrolyte verfügbar sind. Dazu gehören beispielsweise Nickel (Ni), Kupfer (Cu), Gold (Au) und Silber (Ag).

AAO-Membranen werden durch gezieltes Anodisieren von Aluminiumfolien hergestellt [155]. Dabei ist die Wahl des Elektrolyten entscheidend, da sich nur mit Elektrolyten mit einem pH-Wert unter 5 poröse Aluminiumoxidschichten bilden. Es entstehen in einer Bienenwabenstruktur angeordnete, zylindrische Poren mit Durchmessern zwischen 4 und 200 nm [156].

Während die AAO-Membrane stets die gleiche Bienenwabenstruktur aufweisen, gewährt die Verwendung von Ionenspur-geätzten Polymermembranen eine große Bandbreite an Gestaltungsfreiheiten. Zur Herstellung werden Polymerfolien mit schweren Ionen beschossen und anschließend entlang der Ionenspuren selektiv geätzt. Je nach Ätzparametern lassen sich neben zylindrischen auch konische Poren herstellen. Es wurden verschiedene Verfahren zur Fertigung von metallischen Nanostrukturen aus den Polymermembranen entwickelt. Am gängigsten ist das Besputtern der Membran mit einer metallischen Schicht, welche als Startschicht für eine anschließende galvanische Abformung dient [147–154].

Die Verwendung von Polymermembranen statt Aluminiumoxidmembranen hat sich in den letzten Jahren zu einem etablierten Verfahren entwickelt [157–160]. Vorteil gegenüber den Aluminiumoxidmembranen ist vor allem die über viele Größenordnungen variable Porendichte und die in vielerlei Hinsicht einstellbare Porengeometrie. Dies ermöglicht hohe Aspektverhältnisse und Feldverstärkungsfaktoren über 1000 [154]. Die meist stochastische Verteilung der Poren bei Polymermembranen hingegen kann je nach Anwendung ein möglicher Nachteil sein [161]. Bisherige FE-Untersuchungen zeigen mögliche Emissionstromdichten von bis zu 1 mA/cm^2 bei angelegten elektrischen Feldern bis hin zu $8 \text{ V/}\mu\text{m}$ [154]. Das Langzeitfeld-emissionsverhalten dieser Emitter wurde bisher nicht hinreichend untersucht, ebenso wenig wie das Ausgasverhalten.

Ein möglicher Nachteil aller metallischen Feldemitter ist die sogenannte Rayleigh-Instabilität, d.h. die thermische Instabilität der metallischen Nanostrukturen bei hohen Temperaturen [72, 162]. Aufgrund des allgemein großen Einflusses der Oberflächenspannung bei Nanostrukturen führt die Erhöhung der Temperatur bereits weit unterhalb der Schmelztemperatur zu dem Zerfall von drahtförmigen zu kugelförmigen Objekten. Konische Feldemitter besitzen, bei gleichem Spitzenradius, aufgrund ihrer Geometrie allerdings eine wesentlich höhere thermische und mechanische Stabilität als Nanodrähte.

Am Fachgebiet Mikrotechnik und Elektromechanische Systeme (M+EMS) der Technischen Universität Darmstadt wird seit einigen Jahren an der Mikro-Nano-Integration von metallischen, membran-basierten Nanodrähten und Nanokonen geforscht [2, 163–168]. Insbesondere die direkte Abscheidung auf metallisierten Substraten, beispielsweise beschichteten Glaswafern, wurde näher untersucht. Dabei wird die Membran während der galvanischen Abscheidung auf das metallisierte Substrat gedrückt und das Metall in die Poren abgeschieden. Anschließend wird die Membran nasschemisch entfernt und die direkt mit dem Substrat verbundenen Nanostrukturen freigelegt. Die Prozessierung auf einem Wafer hat den Vorteil, dass die anschließende Handhabung, beispielsweise bei einer Integration in ein Mikrosystem, einfacher zu vollziehen ist. Die galvanische Abscheidung in die Poren stellt speziell bei Porendurchmessern im Nanometerbereich eine Herausforderung dar. Neben metallischen Nanodrähten ist auch die Integration von metallischen Nanokonen erfolgreich umgesetzt worden [2].

Da metallische Nanokonen aufgrund ihrer Feldemissioneigenschaften sehr interessant für die Anwendung hinsichtlich des Einsatzes in kryo-tauglichen Ionisationsmanometern sind, aber noch hohes Forschungspotential besteht, werden diese im Rahmen dieser Dissertation untersucht. Anschließend lässt sich ein direkter Vergleich mit den von Lotz verwendeten CNT-Elektronenquellen ziehen. Im Folgekapitel wird das entwickelte Herstellungsverfahren zur Synthese metallischer Nanokonen vorgestellt.

4. Herstellungsprozess von metallischen Nanokonen

In dieser Arbeit werden metallische Nanostrukturen als Feldemitter untersucht, die durch galvanische Abscheidung in ionenspur-geätzten Polymermembranen hergestellt werden. Dabei dient ein Fertigungsprozess zur Direktprozessierung auf Waferebene als Ausgangspunkt [2, 163–168] und wird in diesem Kapitel ausführlich vorgestellt.

Den ersten Schritt des Herstellungsprozesses bildet das asymmetrische Ätzen von konischen Poren in eine Polymerfolie. Der Ätzprozess und der Einfluss der Ätzparameter wie elektrische Spannung, Mischungsverhältnis der Ätzlösung und Temperatur auf die Porengeometrie wird in Kapitel 4.1 genauer beleuchtet. Anschließend wird in Kapitel 4.1.3 eine für diesen Prozess im Rahmen dieser Arbeit neu entwickelte Ätzkammer präsentiert, mit deren Hilfe teilautomatisch die Herstellung von Polymermembranen für den 4-Zoll-Wafer-Prozess möglich ist. Da die verwendeten Polymermembranen bestehend aus Polycarbonat zunächst kaum hydrophil sind, ist es ratsam, deren Benetzbarkeit vor einer Weiterverwendung in einer Galvanik zu verbessern. Die in dieser Arbeit gewählte und ausgearbeitete Vorgehensweise der Plasmaaktivierung wird in Kapitel 4.2 erläutert. Dieser Schritt ist eine Erweiterung des bisherigen Herstellungsprozesses, da bisher entweder auf eine Hydrophilisierung verzichtet oder bereits vorbehandelte Polymermembranen verwendet wurden.

Der nächste Schritt des Herstellungsprozesses besteht in der galvanischen Abscheidung in die Poren und wird in Kapitel 4.3 detailliert beschrieben. Dazu wird in Kapitel 4.3.1 zunächst eine allgemeine Übersicht über die Methode der galvanischen Abscheidung gegeben und danach in Kapitel 4.3.2 genauer auf die Besonderheiten bei der galvanischen Abscheidung in Mikro- oder Nanoporen eingegangen. Dem folgt die Präsentation der in dieser Arbeit verwendeten galvanischen Zelle.

Zu jedem Schritt im Herstellungsprozess werden jeweils die Grundlagen besprochen und anschließend die Umsetzung in diesem konkreten Fall dargelegt.

4.1. Herstellung von Polymermembranen mit konischen Poren

Im Folgenden wird der durchgeführte Prozess, welcher für die Herstellung von konischen Nanoporen in Polymerfolien und zur anschließenden, darin stattfindenden galvanischen Abscheidung von Nanokonen notwendig ist, beschrieben. Abbildung 4.1 dient dabei der Illustration der Prozessschritte.

Zunächst wird eine Polymerfolie, welche beispielsweise aus Polycarbonat (PC) oder Polyethylenterephthalat (PET) besteht, mit schweren Ionen beschossen, siehe Abbildung 4.1 (a). Dafür werden in der Regel Ionen mit einer kinetischen Energie im Bereich von MeV bis GeV verwendet, die damit die Folie vollständig durchqueren [169, 170]. Ionen mit solchen kinetischen Energien werden mithilfe von Teilchenbeschleunigern erzeugt. Die Wechselwirkung der Ionen mit dem Folienmaterial ist sehr komplex und wird deswegen hier in einer vereinfachten Darstellung präsentiert. Eine ausführliche Betrachtung ist beispielsweise in dem

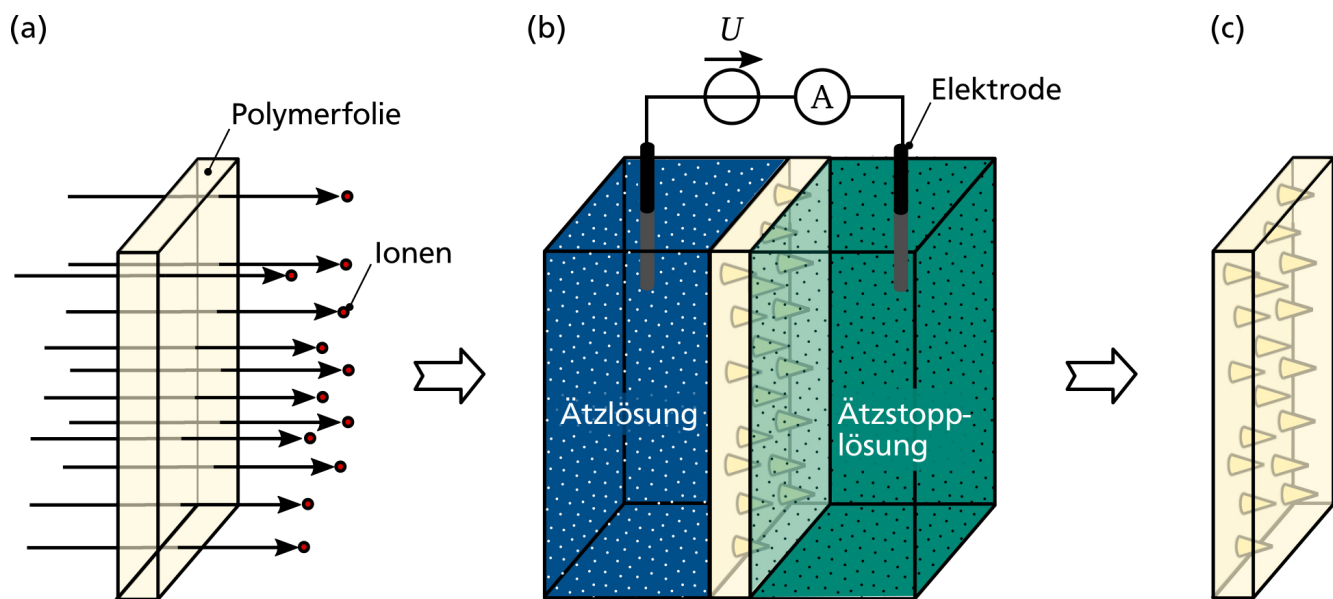


Abbildung 4.1.: Herstellung von konischen Poren in einer Polymerfolie. (a) Bestrahlung der Polymerfolie mit schweren Ionen. (b) Um konische Poren in Polymerfolien zu Erhalten müssen diese asymmetrisch geätzt werden. Dazu werden die Folien zwischen zwei separaten Kammern gespannt. In die eine Kammer wird einer Ätzlösung eingeführt, während in die gegenüberliegende Kammer eine Ätzstopplösung eingefüllt wird, welche den Ätzprozess beim Öffnen der Poren hemmt oder sogar vollständig stoppt. Zum Überwachen des Ätzvorgangs werden in der Regel Elektroden angeschlossen, so dass beim Öffnen der Poren durch die angelegte Spannung ein Strom zwischen den Kammern fließt, welcher wiederum gemessen werden kann. (c) Fertige Polymermembran mit konischen Nanoporen.

Buch „Ion Tracks and Microtechnology: Principles and Applications“ von Reimar Spohr zu finden [171]. Beim Durchdringen der Folie beeinflussen die Ionen die Vernetzung des Polymers und führen zur Spaltung von Verbindungen und der Anregung von Atomen in der direkten Umgebung der Teilchenbahn [172, 173]. Der unmittelbare Bereich mit einem Durchmesser von ca. 10 nm um die Ionenspur wird auch als „Core“ bezeichnet [170], siehe Abbildung 4.2 (a). In diesem kommt es aufgrund des Energieeintrages zur Bildung von Radikalen. Rund um diesen Core bildet sich eine Zone mit einem Durchmesser zwischen 100 nm und 1 μm , dem sogenannten „Halo“ in welchem ebenfalls Materialveränderungen auftreten und durch das Ion entstandene Radikale anzutreffen sind. Mit zunehmendem Abstand verringert sich jedoch die Schädigung des Materials.

Diese Schädigung des Materials lässt sich anschließend in einem nasschemischen Ätzprozess ausnutzen, da die Veränderung der Polymerstruktur die Ätzrate, d.h. den lokalen Materialabtrag pro Zeit, beeinflusst. Die Ätzrate v_t entlang der Ionenspur, engl. „track etch rate“ ist höher als die sogenannte Bulk-Ätzrate v_b des unveränderten Materials [174, 175], da die zur Ätzung notwendige Aktivierungsenergie entlang der Ionenspur herabgesetzt ist. Dabei muss allerdings berücksichtigt werden, dass die Ionenspur-Ätzrate v_t nicht konstant ist, sondern mit dem Energieverlust der Ionen entlang der Teilchenbahn korreliert ist [176]. Je nach Ionenenergie kann sich der Energieübertrag von den Ionen auf das Material zwischen der Eintrittsseite und der Austrittsseite ändern, woraus resultiert, dass die Ionenspur-Ätzrate v_t ebenfalls auf der Eintrittsseite unterschiedlich ist im Vergleich zur Ausgangsseite [175]. Hinzu kommt, dass die radiale Ätzrate v_r , welche, wie in Abbildung 4.2 (b) zu sehen, senkrecht zur Ionenspur-Ätzrate v_t definiert ist, sich in Abhängigkeit vom Abstand zur Teilchenspur monoton von der Ionenspur-Ätzrate v_t zur Bulk-Ätzrate v_b

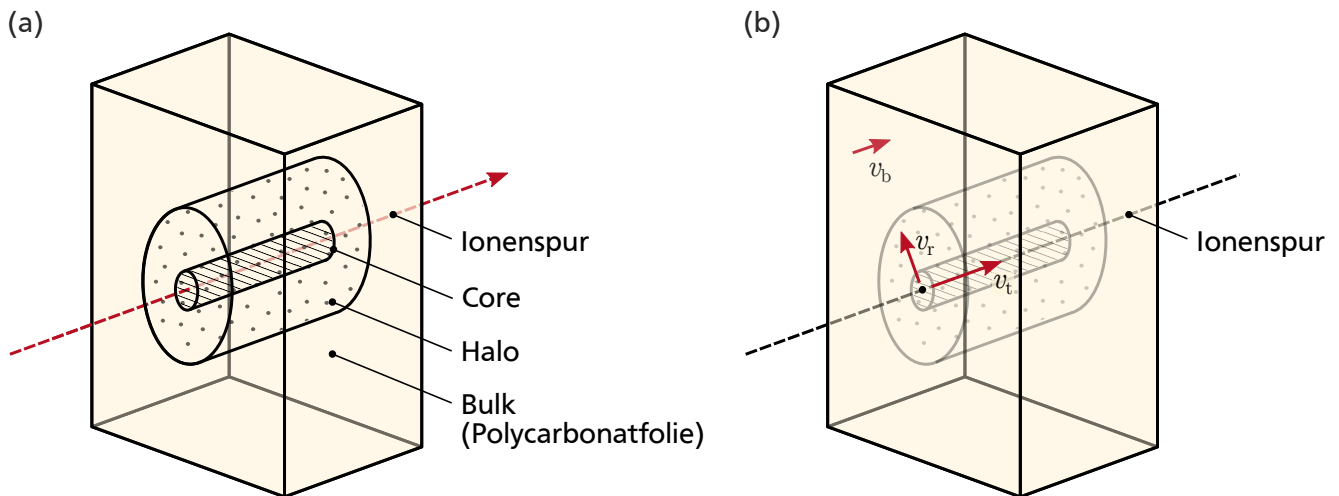


Abbildung 4.2.: Schematische Darstellung der Auswirkungen der Ionenbestrahlung auf die Polymerfolie (engl. „Bulk“). (a) Rund um die Ionenspurspur bildet sich mit dem sogenannten „Core“, eine Zone mit stark geschädigtem Material. Die Schädigungen des Materials sind auch noch in größeren Abständen festzustellen, wobei diese Zone mit abnehmenden Materialveränderungen auch als „Halo“ bezeichnet wird. (b) Durch die Schädigung ergeben sich die drei verschiedenen Ätzraten: die Track-Ätzrate v_t , die dazu senkrecht stehende radiale Ätzrate v_r und die Bulk-Ätzrate des unveränderten Materials v_b .

ändert [177]. Die Bestrahlungsdichte der Ionen durch die Folie entspricht der späteren Porendichte. In der vorliegenden Arbeit wurden kommerziell erhältliche vorbehandelte Bisphenol-A-Polycarbonatmembranen vom Hersteller it4ip verwendet. Diese sind bereits mit Ionen einer gewissen Flächendichte bestrahlt worden, wurden aber noch nicht geätzt. Die Art und die Energie der zur Bestrahlung verwendeten Ionen sind nicht bekannt.

Mit symmetrischem Ätzen, also dem beidseitigen Benetzen mit einer Ätzlösung, sind nahezu ideal zylindrische Poren realisierbar [157, 178, 179]. Je nach gewählten Ätzparametern sind aber auch zigarrenförmige, patronenförmige, trichterförmige/konvexgeformte oder auch doppelkonische Porengeometrien ätzbar [180].

Um konisch geformte Poren in der Polymerfolie zu erhalten, sind diese asymmetrisch zu ätzen. Das bedeutet, dass die Polymerfolie nur einseitig mit einer Ätzlösung geätzt wird, während sie auf der gegenüberliegenden Seite mit einer Ätzstopplösung benetzt wird, siehe Abbildung 4.1 (b). Idealerweise ist die Ätzseite auch die Ioneneintrittsseite. Die Porenöffnung in Richtung der Ätzlösung ist in diesem Falle stets größer als die Öffnung in Richtung der Ätzstopplösung und wird im Folgenden als Basis bezeichnet, da dadurch der Sockel der metallischen Konen definiert wird. Die gegenüberliegende, kleinere Porenöffnung wird Spitze genannt. In Abbildung 4.3 sind Rasterelektronenmikroskop (REM)-Aufnahmen sowohl von Porenbasen als auch einer Porenspitze gezeigt. Die geätzte Polymerfolie wird im weiteren Verlauf zur Unterscheidung zwischen ungeätzten und geätzten Folien als Polymermembran bezeichnet.

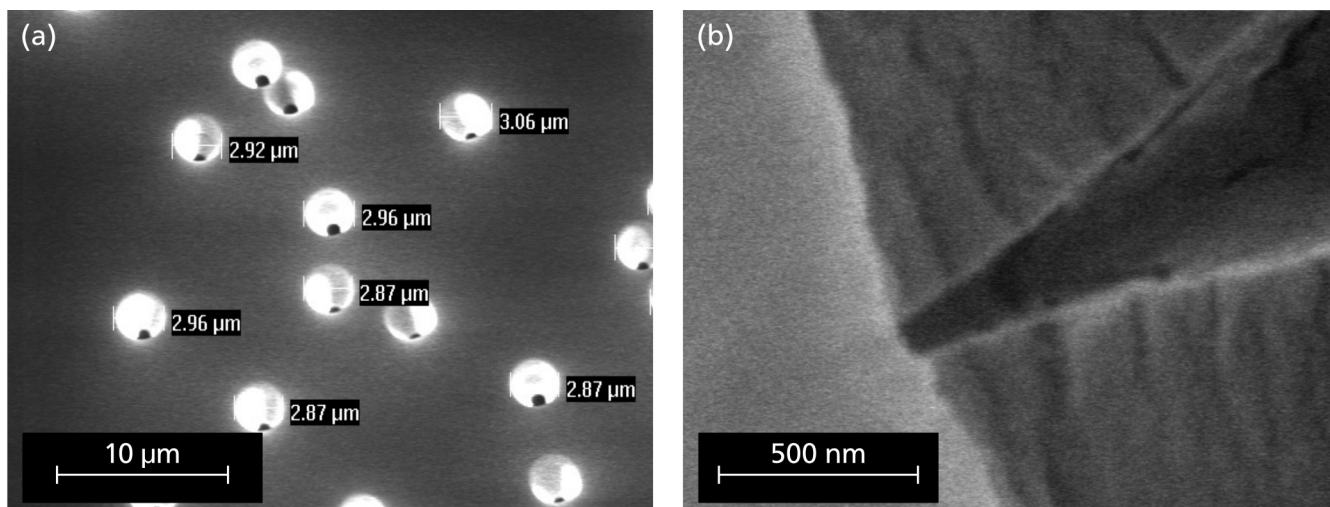


Abbildung 4.3.: REM-Aufnahme der Poren von asymmetrisch geätzten Polymermembranen. (a) Aufnahme von Porenbasen. Die Beschriftungen entsprechen den jeweiligen Durchmessern der Porenbasen, welche einer gewissen Streuung unterliegen. Der Mittelwert liegt in diesem Fall bei ca. $2,9\text{ }\mu\text{m}$. Zur Vermessung mit dem Rasterelektronenmikroskop wurde die Folie mittels Sputtern metallisiert. Da dabei das Metall nicht vollständig in die Poren eingedrungen ist, erscheinen die nicht-metallisierten Teile der Poren schwarz. (b) Aufnahme einer Porenspitze. Für diese Aufnahme wurde eine Folie zunächst mittels UV-Licht bestrahlt, um diese zu verspröden. Anschließend wurde die Folie gebrochen und entlang der Bruchkante ebenfalls mittels Sputtern metallisiert. Die gezeigte Pore hat einen Durchmesser von ca. 100 nm .

4.1.1. Chemische Beschreibung des Ätzvorgangs

Die Verhältnisse der Ätzraten v_b , v_r und v_t zueinander definieren die Geometrie der Poren. Jedoch sind diese Parameter nicht nur von der Ionenenergie und Durchtrittsrichtung abhängig, sondern auch von der Konzentration der verwendeten Ätzlösung, der Temperatur oder der gegebenenfalls zusätzlich angelegten elektrischen Spannung während des Ätzprozesses [181–183]. Die Einflüsse der einzelnen Parameter werden in den weiteren Abschnitten detailliert erläutert.

Da in dieser Arbeit Membranen aus Polycarbonat verwendet werden, wird bei der folgenden Betrachtung der Fokus auf dieses Polymer gelegt. Zur Herstellung von Polycarbonatmembranen wird häufig eine wässrige Lösung aus Natriumhydroxid (NaOH), auch bekannt als Natronlauge, als Ätzmittel verwendet. Das gelöste NaOH liegt in der Natronlauge in Form von Na^+ und OH^- Ionen vor. Die typische Ätzreaktion von Natronlauge mit Polycarbonat ist eine sogenannte Esterhydrolyse [184], welche in Abbildung 4.4 veranschaulicht ist. Das doppeltgebundene Sauerstoffatom in der Estergruppe der Polycarbonat-Wiederholeinheit, siehe Abbildung 4.4 (a), besitzt eine positive Partialladung. Diese ermöglicht es dem OH^- Ion aus der Natronlauge nukleophil am C-Atom anzugreifen, vergleiche Abbildung 4.4 (b), (1). Dabei kommt es zur Bildung einer Carbonsäure (COOH^-) und weiter zur Abspaltung eines Alkoholat-Ions ($\text{O}-\text{R}^2$) [185], wie in Abbildung 4.4 (b), (2) und (3) dargestellt. Die Reaktion endet mit einem Protonenübergang von der Carbonsäure (R^1COOH) an das Alkoholat-Ion (O^-R^2) und der Trennung eines Carboxyl-Ions (R^1COO^-) und eines Alkohol-Moleküls (R^2OH), siehe Abbildung 4.4 (b), (4). Diese Ätzreaktion geschieht an der gesamten von der Ätzlösung benetzten Oberfläche der Polymerfolie. Aufgrund der geschädigten Bindungen entlang der Ionenspur liegt dort jedoch eine vielfach höhere Ätzgeschwindigkeit $v_t > v_r$ vor.

Als Ätzstopp auf der Membranrückseite kann in H_2O gelöste Essigsäure ($\text{C}_2\text{H}_4\text{O}_2$) verwendet werden. In

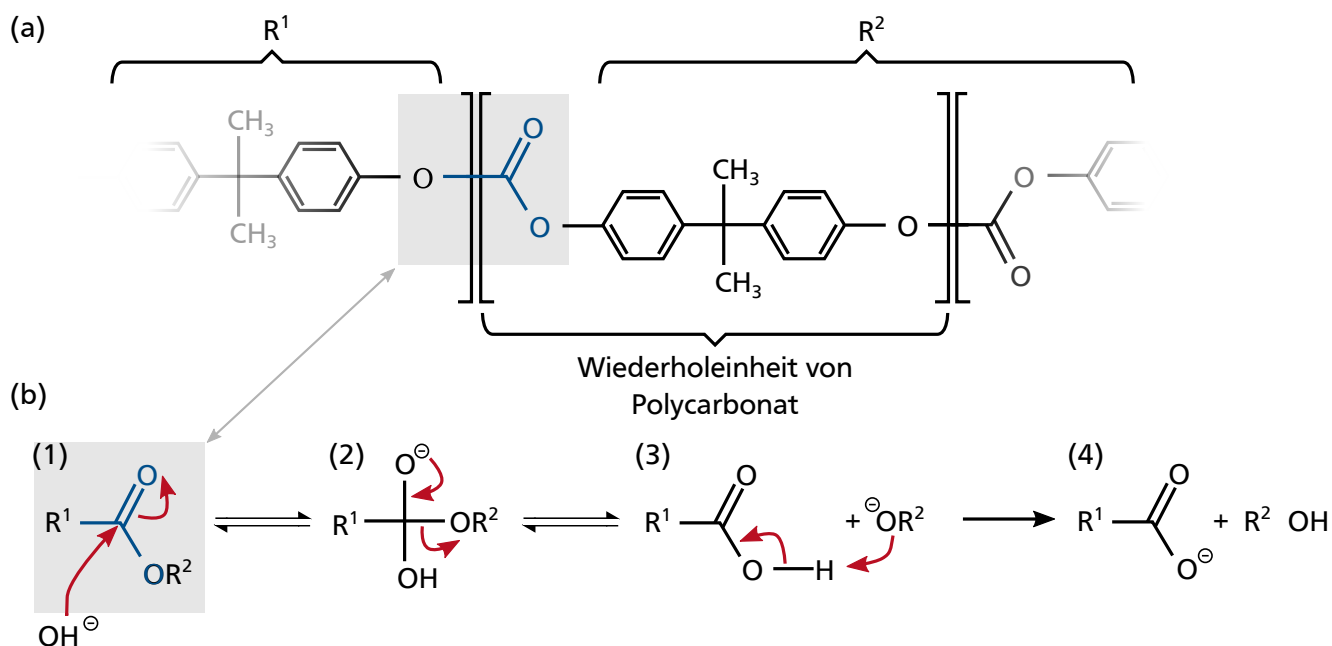


Abbildung 4.4.: Ätzzvorgang von Bisphenol-A-Polycarbonat mittels Esterhydrolyse. Die rot eingezeichneten Pfeile kennzeichnen Ionen- oder Elektronenbewegungen. Die beidseitigen Reaktionspfeile kennzeichnen Reaktionen, die beidseitig möglich sind, wohingegen einseitige, rechtsgerichtete Pfeile Reaktionen kennzeichnen, welche nicht umgekehrt ablaufen können. (a) Gezeigt ist die Strukturformel einer Wiederholeinheit eines Polycarbonat-Moleküls. Die Estergruppe, an welcher die Ätzreaktion in Form einer Esterhydrolyse stattfindet, ist grau hervorgehoben. Die weiteren Moleküle der Polymerkette werden als R^1 und R^2 zusammengefasst. (b) Aufgrund der positiven Partialladung am Sauerstoffatom in der Estergruppe kann das durch die Natronlauge bereitgestellte OH^- Ion am C-Atom angreifen (1). Dies führt über die Bildung einer Carbonsäure (R^1COOH) und eines Alkoholations (O^-R^2), siehe (2) und (3), zur Aufspaltung in ein Carboxyl-Ion (R^1COO^-) und ein Alkohol-Molekül (R^2OH), siehe (4).

dieser liegen die Essigsäure in Form der Ionen CH_3COO^- und H_3O^+ vor. Die Neutralisationsreaktion wird folglich beschrieben durch



Diese neutralisiert die Ätzlösung beim Öffnen der Poren und verlangsamt oder stoppt den weiteren Ätzprozess an der Spitze der Pore.

Eine während des Ätzprozesses stattfindende Messung des pH-Wertes erlaubt eine Überwachung des Ätzprozesses, da sich sowohl der pH-Wert der Ätzlösung als auch der Ätzstopplösung beim Öffnen der Poren ändert. Dies wurde beispielsweise von Clochard et al. untersucht [175], aber im Rahmen dieser Arbeit nicht angewendet.

4.1.2. Einfluss der Ätzparameter

Zunächst werden Möglichkeiten zur Einflussnahme auf die Ätzraten über die jeweiligen Ätzparameter gegeben und anschließend die in diesem konkreten Fall gewählten Ätzparameter dargelegt.

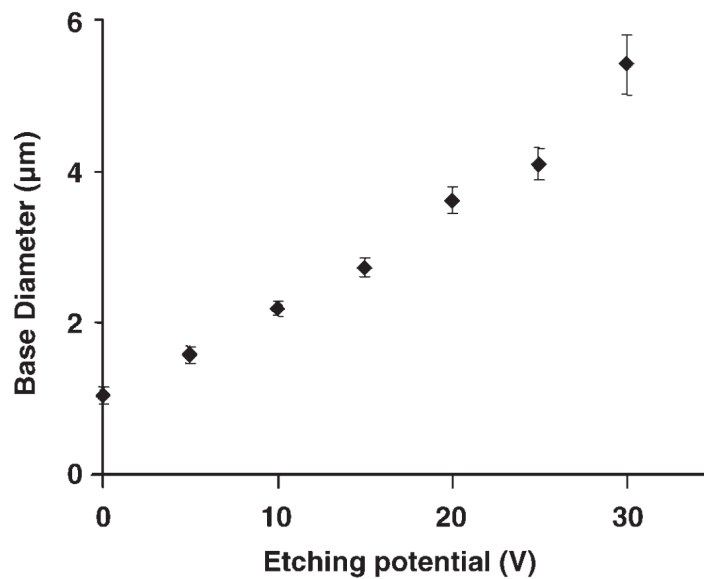


Abbildung 4.5.: Abhängigkeit des Basisdurchmessers („Base Diameter“) konischer Poren in Polycarbonatmembranen von einer während des Ätzprozesses angelegten elektrischen Spannung („Etching Potential“) zwischen den beiden Membranseiten. Mit zunehmendem Potential wird der Basisdurchmesser größer. Entnommen aus Harrell et al., 2006, S. 195, Abb. 2, [182].

Elektrische Spannung

Eine Möglichkeit das Verhältnis der Ätzraten v_t zu v_r zu ändern bietet das Anlegen einer elektrischen Spannung. Dadurch kann die Konzentration der OH^- Ionen in der Ätzlösung an der Folienoberfläche und ihre Mobilität innerhalb der Poren beeinflusst werden [181]. Je nachdem, ob die zur Ätzung führenden Hydroxid-Ionen durch das elektrische Feld in die Pore hineingezogen, d.h. die Anode in der Ätzstopplösung anliegt, oder aus der Pore herausgezogen werden, d.h. die Anode in der Ätzlösung anliegt, ändert dies die Form der Poren. Die Änderung der Konenform durch die elektrische Spannung wurde beispielsweise von Harrell et al. und Karim et al. untersucht und mit zunehmender elektrischer Spannung auch ein zunehmender Basisdurchmessers beobachtet, wenn die Anode in Ätzlösung anliegt und die elektrische Spannung somit den Ätzprozess hemmt [159, 182]. Gleichzeitig änderte sich die Form hin zu konkaven Spitzen. Die Ergebnisse von Harrell et al. zur Abhängigkeit des Basisdurchmessers von der angelegten Spannung sind in Abbildung 4.5 zu sehen.

Mithilfe einer angelegten elektrischen Spannung ergibt sich zusätzlich die Möglichkeit, den Ätzprozess zu überwachen, da sich dabei der Ionenstrom zwischen den beiden Ätzkammern messen lässt. Bei geschlossenen Poren kann es zu keinem Ionenaustausch kommen, so dass kein Strom fließt. Öffnen sich die Poren, steigt der Strom rapide an, da sich nun die Ionen durch die Poren hin zur jeweiligen Elektrode bewegen können.

Mischungsverhältnis der Ätzlösung

Die Ätzraten lassen sich ebenfalls durch verschiedene, zur Natronlauge beigefügte Additive beeinflussen [159, 186–189]. Häufig wird die Natronlauge mit Alkohol, beispielsweise Methanol (CH_4O) oder Ethanol

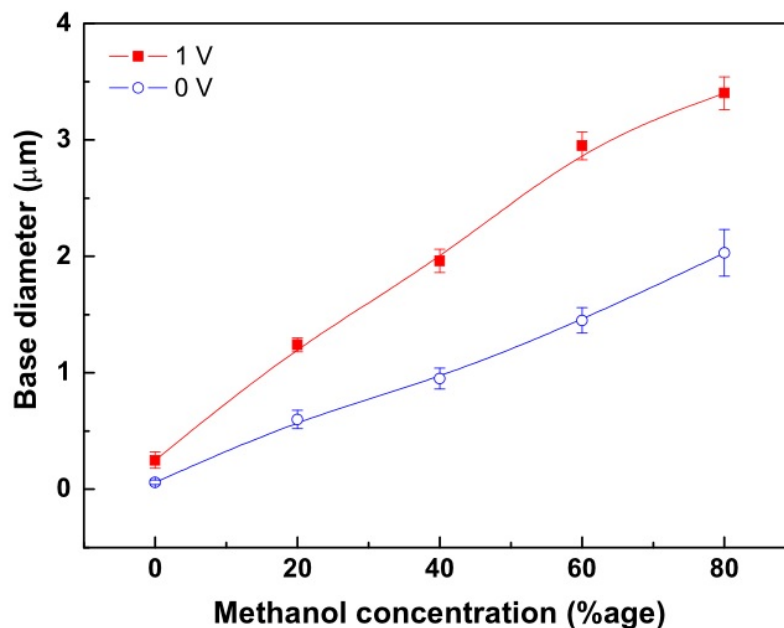


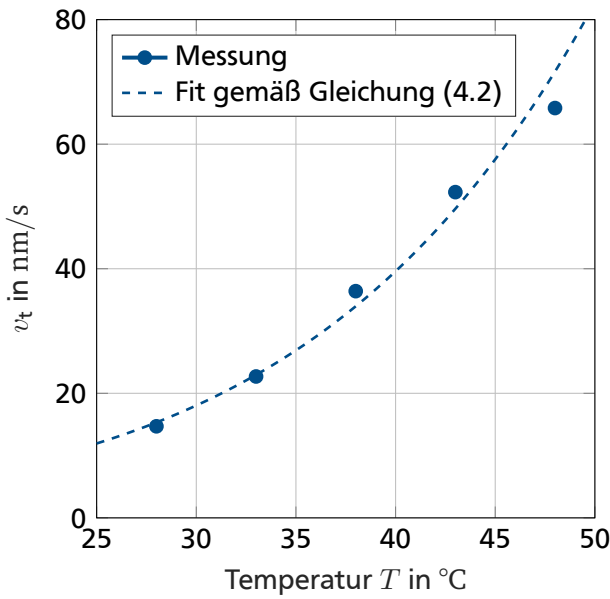
Abbildung 4.6.: Abhängigkeit des Basisdurchmessers („Base diameter“) von dem Methanolanteil („Methanol concentration“) in der Ätzlösung aus Natronlauge und Methanol bei der Ätzung konischer Poren in Polycarbonatmembranen. Mit zunehmender Methanolbeimischung steigt auf der Basisdurchmesser der geätzten konischen Poren an. Entnommen aus Karim et al., 2009, S. 781, Abb. 2 [159].

(C_2H_6O) gemischt, was den Ätzprozess beschleunigt und das Verhältnis von v_t zu v_r verändert [186]. Wie Karim et al. gezeigt haben, führt ein höherer Anteil von Methanol zu einer größeren Basisöffnung [159]. Dazu wurden Folien mit Ätzlösungen unterschiedlicher Konzentrationen bis 20 Minuten nach der initialen Porenöffnung geätzt und anschließend der Basisdurchmesser vermessen. Statt eine Ätzstopplösung zu verwenden, wurde die von der Ätzlösung abgewandte Seite der Folien mit Gold besputtert. Dadurch wurde die Ätzreaktion beim vollständigen Durchätzen der Folie nicht durch eine Neutralisation gehemmt. Die Abhängigkeit des Basisdurchmessers von der Methanolkonzentration in der Ätzlösung sind in Abbildung 4.6 dargestellt.

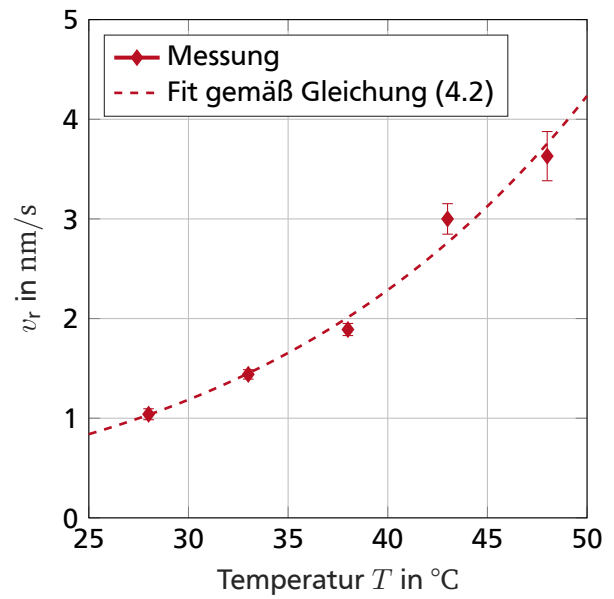
In einer vereinfachten Form kann bei geringen angelegten Spannungen, moderaten Temperaturen unterhalb des Siedepunktes von 65 °C von Methanol und Mischungsverhältnissen im Bereich zwischen 20% und 80% Methanol-Beimischung ein linearer Zusammenhang zwischen dem Methanolkonzentration und dem Basisdurchmesser festgestellt werden. Aus den in Abbildung 4.6 gezeigten Ergebnissen von Karim et al. folgt weiterhin, dass eine Verdopplung des Methanolgehalts zu einer Verdopplung der radialen Ätzrate v_r führt.

Temperatur

Generell gilt, dass eine Temperaturerhöhung chemische Prozesse beschleunigt, da durch eine Erhöhung der Temperatur eine Vergrößerung der kinetischen Energie der am Prozess beteiligten Moleküle einhergeht. Dies führt zu mehr Stößen und somit zu einem höheren Materialabtrag, d.h. einer höheren Ätzrate. Dieser



(a) Beispielhafte Abhängigkeit der Ionenspur-Ätzrate v_t von der Temperatur T , gefittet mit $A = 8,75 \cdot 10^8 \text{ nm/s}$ und $E_A = 0,64 \text{ eV}$.



(b) Beispielhafte Abhängigkeit der radialen Ätzgeschwindigkeit v_r von der Temperatur T , gefittet mit $A = 1,02 \cdot 10^6 \text{ nm/s}$ und $E_A = 0,54 \text{ eV}$.

Abbildung 4.7.: Beispielhafte Verläufe der Ätzgeschwindigkeiten v_t und v_r in Abhängigkeit von der Temperatur T , bestimmt durch Ätzungen einer Polycarbonatfolie mit einer Porendichte von $1 \cdot 10^6 \text{ Poren/cm}^2$. Es wurde ein Gemisch aus Natronlauge und einer Methanolbeimischung von 50 % als Ätzlösung und einer verdünnten Essigsäure (10%) als Ätzstopplösung verwendet. Die Ionenspur-Geschwindigkeit ergibt sich aus der Foliendicke von $25 \mu\text{m}$ und der Zeit bis zur Porenöffnung. Die radiale Ätzgeschwindigkeit v_r ergibt sich aus dem Mittelwert der Basisradien nach der Ätzung und der Ätzdauer. Beide Ätzraten lassen sich mit Gleichung (4.2) unter Verwendung von A und E_A als Fitvariablen fitten.

Umstand wird durch die Arrhenius-Gleichung

$$v_e = A \cdot \exp\left(-\frac{E_A}{k_B \cdot T}\right), \quad (4.2)$$

beschrieben [190]. Dabei bezeichnet v_e die Ätzrate, A den sogenannten Frequenzfaktor, E_A die Aktivierungsenergie des Prozesses, k_B die Boltzmann-Konstante und T die Temperatur. Mit dem Frequenzfaktor berücksichtigte Svante Arrhenius, dass es bei Erhöhung der Temperatur zu mehr Stößen zwischen den Molekülen kommt.

In Abbildung 4.7 sind beispielhafte Verläufe der Ionenspur-Ätzrate v_t und der radialen Ätzrate v_r in Abhängigkeit von der Temperatur T zu sehen. Dabei wurde Natronlauge mit einer Methanolbeimischung von 50% als Ätzlösung und verdünnte Essigsäure (10%) als Ätzstopplösung verwendet, um Polycarbonatfolien mit einer Porendichte ρ von $1 \cdot 10^6 \text{ Poren/cm}^2$ zu ätzen. Der Ätzprozess wurde dafür zum Zeitpunkt des Öffnens der Poren gestoppt. Anschließend wurden die Porenbasisradien mithilfe eines Keyence VHX 7000 Lichtmikroskops vermessen und der Mittelwert für die Berechnung der radialen Ätzrate verwendet.

Wie Abbildung 4.7 entnommen werden kann, ist für alle Temperaturen in dem Bereich von 28 bis 48°C die Ionenspur-Ätzrate v_t eine Größenordnung höher als die radiale Ätzrate v_r . Mithilfe der Arrhenius-Gleichung in Gleichung 4.2 lassen sich die Verläufe der Ätzgeschwindigkeiten fitten. Jedoch zeigt sich, dass die

resultierenden Werte der Fitparameter nur wenig Aussagekraft haben, da beispielsweise die gefittete Aktivierungsenergie der Ionenspur-Ättrate höher liegt als die der radialen Ättrate. Dies sollte umgekehrt sein.

Für den praktischen Gebrauch lässt sich die Reaktionsgeschwindigkeit-Temperatur-Regel, kurz RGT-Regel, als Faustformel verwenden. Nach dieser verdoppelt bis vervierfacht sich die Reaktionsgeschwindigkeit bei einer Temperaturerhöhung um ungefähr 10 K [191]. Abbildung 4.7 kann man entnehmen, dass die Ätzzraten v_t und v_r grob einer Verdopplung pro Temperaturerhöhung um 10 K folgen.

Je nach Lagerungsdauer der bestrahlten Folien gilt es den Verlauf folienspezifisch zu bestimmen, da sich mit der Dauer der Lagerung die Ätzzrate v_r verringert [192].

Einstellung der Porengeometrie mithilfe der Ätzparameter

Die gewonnenen Erkenntnisse helfen den Ätzprozess so einzustellen, dass gewünschte Porengeometrien entstehen. Da beispielsweise die Änderung der Ätzmittelzusammensetzung als auch die Änderung der Temperatur einen ähnlichen Effekt haben, namentlich die Steigerung bzw. Senkung der Ätzzgeschwindigkeiten, lassen die Einflussparameter einen gewissen Handlungsspielraum beim Einstellen der Geometrie zu. Bei der Wahl der Temperatur ist zu beachten, dass Methanol eine Siedetemperatur von 65 °C hat und Temperaturen nahe des Siedepunktes vermieden werden sollten. Das Anlegen eines elektrischen Feldes führt bei hinreichend hohen Spannungen zu einer nichtlinearen Veränderung der Geometrie, also zu konvexen oder konkaven Poren.

In jedem Fall ist besonders auf eine Reproduzierbarkeit zu achten und eine unbeabsichtigte Überlagerung von Effekten während des Ätzprozesses ist zu vermeiden. Darum sind konstante Ätzparameter, wie beispielsweise Temperatur und elektrisches Feld, wichtig für eine korrekte Prozessanpassung, denn jeder der betrachteten Parameter hat einen starken Einfluss auf die Geometrie.

Die verwendeten Polycarbonatfolien haben eine Dicke von 25 µm, welche die Höhe der mithilfe der Polymermembranen hergestellten Konen vordefiniert. Um bei diesen Folien konische Poren mit Basendurchmessern im niedrigen einstelligen Mikrometer-Bereich zu erhalten, wird eine 50%-Beimischung von Methanol zur Natronlauge gewählt, vergleiche Abbildung 4.6. Wird eine Initialätzung einer Folie vorgenommen, lassen sich daraus der Basisdurchmesser bestimmen und entsprechend des gewünschten Basisdurchmessers das Mischungsverhältnis für folgenden Ätzungen anpassen. Es wird eine Spannung von 1 V verwendet, um den Ionenstrom zu überwachen und gleichzeitig möglichst wenig den Ätzprozess zu beeinflussen.

Bis zu dem Beginn dieser Arbeit wurde der Ätzprozess vollkommen händisch durchgeführt. Dafür stand eine Ätzzelle aus Teflon zur Verfügung, siehe Abbildung 4.8. Diese bestand aus zwei identischen Zelloberhälften, welche jeweils eine zylindrische Ätzkammer mit einem Durchmesser von 60 mm besitzen. Die Polycarbonatfolie wurde zugeschnitten, zwischen den beiden Hälften positioniert und alles miteinander verschraubt. Danach wurde die gesamte Ätzzelle in einem Wasserbad temperiert. Da die Ätzzelle teilweise aus dem Wasserbad herausragte, war jedoch keine stabile und homogene Temperaturverteilung gewährleistet, denn Teflon besitzt eine geringe Wärmeleitfähigkeit. Ein genaues und reproduzierbares Einstellen der Ätztemperatur war damit schwierig zu realisieren. Parallel wurden die Chemikalien in einem separaten Wasserbad auf die gewünschte Temperatur erwärmt. Außerdem wurden die zwei zur Überwachung des Ätzprozesses verwendeten Stabelektroden in die Kammer gesteckt. Aufgrund der Zugkraft der daran angeschlossenen Krokodilklemmen konnten sich die Stabelektroden aus der Ätzzelle lösen, da sie nur hineingesteckt waren.

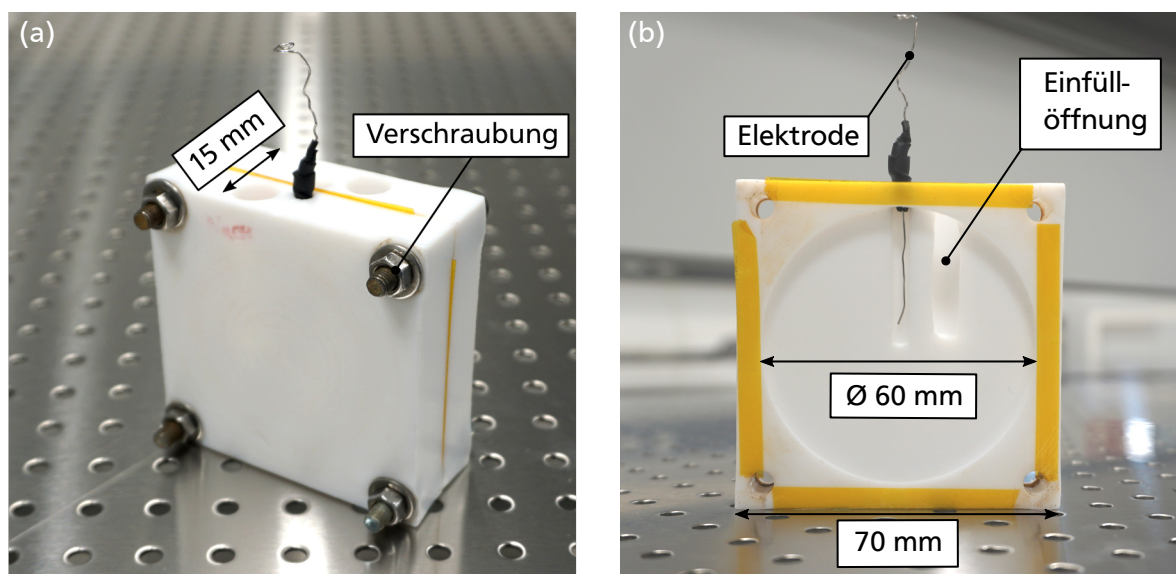


Abbildung 4.8.: Fotos der vor der Überarbeitung genutzten Ätzzelle. (a) Ätzzelle im zusammengeschaubten Zustand. (b) Innenansicht einer Ätzkammer.

Die Chemikalien werden per Hand vom Bediener in die Kammern eingeführt und ebenfalls vom Bediener zum Beenden des Ätzprozesses händisch ausgegossen.

Um reproduzierbare und vertrauenswürdige Ergebnisse zu garantieren, wurde die Ätzanlage überarbeitet und verbessert. Im Rahmen der Lehrveranstaltung „Praktische Entwicklungsmethodik“ wurde im Wintersemester 2017/2018 und im Sommersemester 2018 zusammen mit den Studierenden Fabian Bauer, Masih Fahim, Niko Faul und Jonathan Oberthür eine Ätzzelle entwickelt, mit welcher ein automatisiertes, kontrolliertes Ätzen von Polymermembranen einer auf 100 mm-Wafer angepassten Größe möglich ist [12]. Diese wird im folgenden Abschnitt vorgestellt.

4.1.3. Entwicklung und Inbetriebnahme einer teilautomatisierten Ätzzelle zur Herstellung von Polymermembranen mit konischen Poren

Die Entwicklung der Ätzzelle hatte das Ziel den in Abbildung 4.1 (b) gezeigten experimentellen Aufbau technisch zu realisieren. Prinzipiell galt es eine Ätzzelle mit zwei Kammern, einer Temperaturregelung und für die Überwachung des Ätzprozesses benötigten Elektroden zu konzipieren. Die dafür wichtigsten Anforderungen sind in Tabelle 4.1 aufgelistet.

Teflon zeigt sich aufgrund seiner hohen chemischen Resistenz und der geringen Oberflächenhaftung, welche ein rückstandsloses Abfließen der am Ätzprozess beteiligten Chemikalien ermöglicht, als das geeignetste Material für die Ummantelung des Prozessbereiches.

Bei der Überarbeitung der Ätzzelle wurde zudem ein besonderes Augenmerk auf eine stabile und genaue Temperaturregelung bei gleichzeitig homogener Temperaturverteilung innerhalb des Prozessbereiches gelegt. In nachfolgenden FEM-Simulationen der zeitlichen Entwicklung der Temperaturverteilung mithilfe der Software COMSOL MULTIPHYSICS® zeigt sich, dass insbesondere auf geringe Wanddicken der Ummantelung zu den Heizplatten zu achten ist. Nur so lässt sich aufgrund der geringen Wärmeleitfähigkeit von Teflon der Aufheizprozess verkürzen und innerhalb weniger Minuten eine homogene Temperaturverteilung

Tabelle 4.1.: Auszug aus den Anforderungen an eine Ätzanlage zum teilautomatisierten Ätzen von Polycarbonatmembranen mit konischen Poren [12].

Nr.	Bezeichnung	Wert bzw. Erläuterung
1.	Geometrie	
1.1	Prozessbereichvolumen	Durchmesser 80 mm, Tiefe 1 mm bis 3 mm je Hälfte
1.2	Elektroden	Vollflächen- oder Gitterelektrode möglich, Durchmesser 80 mm
2.	Materialien	
2.1	Ätzkammer	(gegenüber Natronlauge, Methanol und Essigsäure)
2.2	Elektroden	chemikalienresistent, elektrisch leitfähig
2.1	Temperaturbeständigkeit	20 °C bis 100 °C
3.	Ansteuerung	
3.2	Kammertemperatur	20 °C bis 100 °C in 1 °C-Schritten
3.3	Temperaturschwankungen	≤ 1 °C
3.4	Stromfluss-Schwellenwert	0,01 mA bis 100 mA, Auflösung im μ A-Bereich möglich
3.5	Chemikalienzu- und abfuhr	Automatisiert
3.6	Spülen der Kammer mit DI-H ₂ O	Automatisiert
4.	Energie	
4.1	Spannungsversorgung für Elektroden	extern, bis 10 V
5.	Kinematik	
5.1	Einfülldauer	≤ 5 s
5.2	Ablassdauer	≤ 5 s

im Inneren der Ätzzelle erreichen. Details zu den Simulationen sind in Anhang A.2 zu finden. Die Wände der Teflummantelung rund um den Prozessbereich wurden auf 3 mm festgelegt und die Heizplatten anschließend so ausgelegt, dass diese von der Teflummantelung eingefasst werden, wie in Abbildung 4.9 (a) zu sehen ist. In Abbildung 4.9 (a) und (b) ist eine auf einer technischen Zeichnung basierende, schematische Darstellung jeweils einer Hälfte sowohl der Teflon-Ummantelung als auch der zugehörigen Heizplatte zu finden. Die Heizplatten bestehen aus einer Aluminium-Platte, in die zwei Heizpatronen und ein Temperatursensor PT 100 eingeführt werden. Der Temperatursensor ist nah an einer der beiden Heizpatronen platziert, um ein Überspringen der Temperatur und zu starkes Erhitzen der Heizplatten zu verhindern. Mithilfe jeweils eines PID-Reglers pro Heizplatte werden diese auf die gewünschte Zieltemperatur erwärmt. Da Aluminium eine hohe Wärmeleitfähigkeit besitzt, wird dieses innerhalb weniger Minuten homogen aufgeheizt, wie Simulationen ebenfalls gezeigt haben. Für die homogene Aufwärmung der Ätzzelle auf eine Zieltemperatur von ungefähr 50 °C wird eine Vorlaufzeit von ca. 15 Minuten benötigt. Dies wurde sowohl in FEM-Simulationen bestimmt als auch experimentell validiert. Während dieses Aufheizvorgangs sollte die Ätzzelle geschlossen und mit deionisiertem Wasser (DI-H₂O) gefüllt sein, um eine homogene Temperaturverteilung auch innerhalb des Prozessbereiches zu gewährleisten. Die Vorlaufzeit von 15 Minuten sollte vor jedem Ätzprozess abgewartet werden, um reproduzierbare Ergebnisse bei den

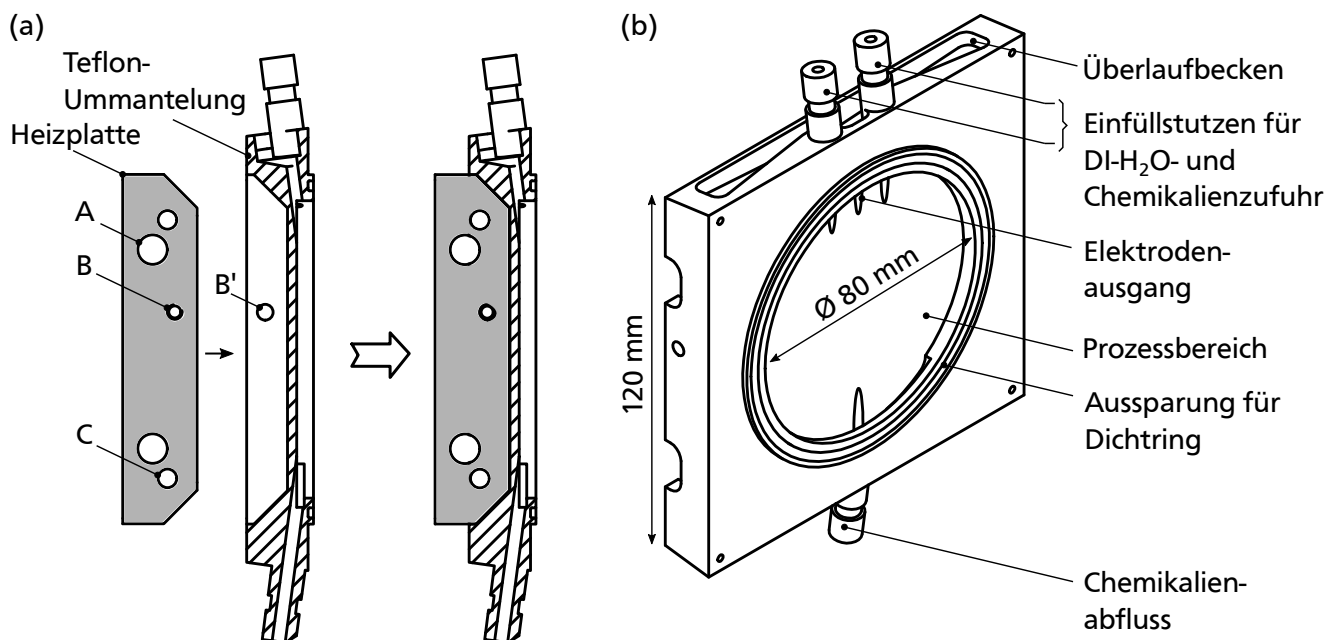


Abbildung 4.9.: Schematische Darstellung der Heizplatte und der Teflummantelung einer Hälfte der Ätzzelle im Querschnitt (a) und in Drehtafelansicht (b). (a) Die aus Aluminium bestehenden Heizplatten sind so geformt, dass diese in die Teflummantelungen der Ätzkammern passgenau eingeführt werden können. In den Heizplatten sind Bohrungen für die Heizpatronen (A) und die Temperatursensoren (C) vorgesehen. Die Heizplatte kann mithilfe eines Gewindes (B) und einer Durchführung (B') durch Schrauben an der Teflummantelung befestigt werden. (b) Die Teflummantelung hat zwei Einfüllstutzen, jeweils einen für DI-H₂O und einen für die Chemikalien, sowie einen Ausgang für die Elektrodenkontaktierung. Zum Schutz ist ein Überlaufbecken vorgesehen. Der Prozessbereich wird durch einen Dichtring abgedichtet, für welchen eine entsprechende Aussparung vorgesehen ist. Die Chemikalien können über einen an der Unterseite des Prozessbereiches vorgesehenen Abfluss ablaufen.

Ätzprozessen zu erhalten.

Zudem wurde darauf geachtet, dass alle mit den Chemikalien in Berührung kommende Bauteile der Anlage, wie auch beispielsweise Schläuche oder Ventile, chemisch resistent sind. Dieses Kriterium war insbesondere bei der Auswahl des Elektrodenmaterials zu beachten. Gleichzeitig musste dieses eine große Designfreiheit erlauben, um die Elektroden in der Teflon-Ummantelung positionieren zu können. Die Wahl fiel auf Streckgitter aus Titan, an welche ein zur späteren elektrischen Kontaktierung gedachter Titan-Draht geschweißt wurde und diese damit anschließend platinisiert wurden. Die Gitter wurden zuvor so strukturiert, dass sie durch den Draht, welcher aus der Oberseite des Prozessbereiches der Teflummantelung herausgeführt wird, und durch eine Hinterschneidung an der Unterseite des Prozessbereiches in die jeweilige Kammer eingeklemmt werden.

Das Einfüllen der Chemikalien ist nach aktuellen Stand noch händisch zu tun, kann jedoch in einer weiteren Ausbaustufe ebenfalls automatisiert werden.

Die zu ätzende Polymerfolie wird mit Hilfe eines Edelstahlhalters in der Zelle positioniert und die gesamte Ätzzelle mit einer Gewindestange, ähnlich wie in einem Schraubstock, eingespannt und abgedichtet, wie in Abbildung 4.10 zu sehen ist.

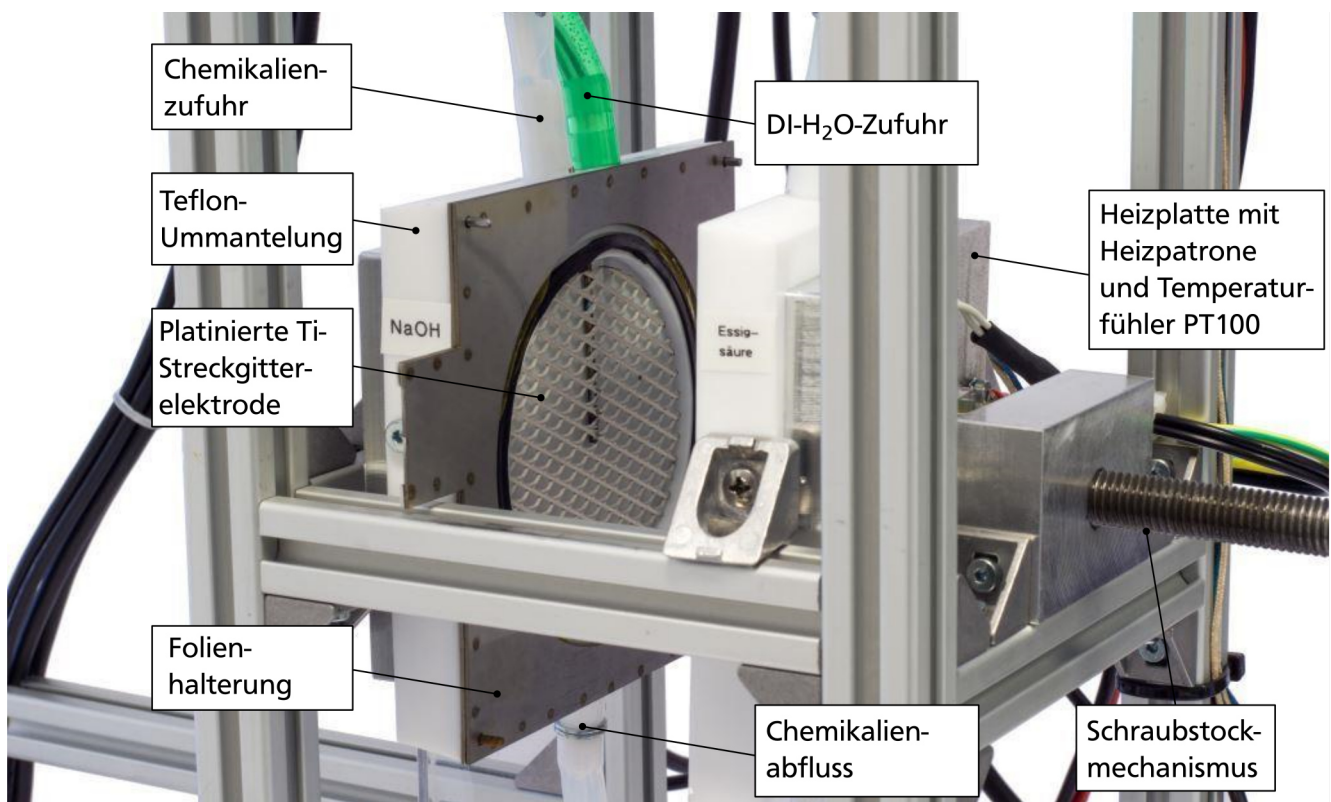
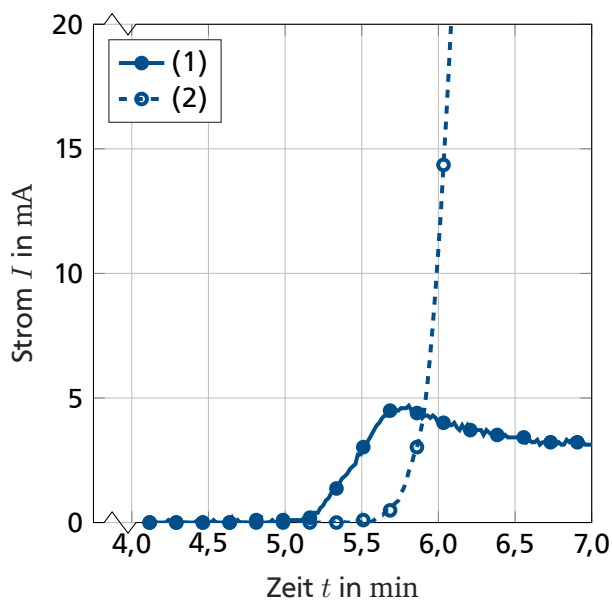


Abbildung 4.10.: Foto der im Rahmen der Veranstaltung „Praktische Entwicklungsmethodik“ entwickelten Ätzzelle zur asymmetrischen Ätzung von Polymermembranen im offenen Zustand. Für Interessierte ist in Anhang A.3 in Abbildung A.3 ebenfalls ein Foto der Anlage im geschlossenen Zustand beigefügt.

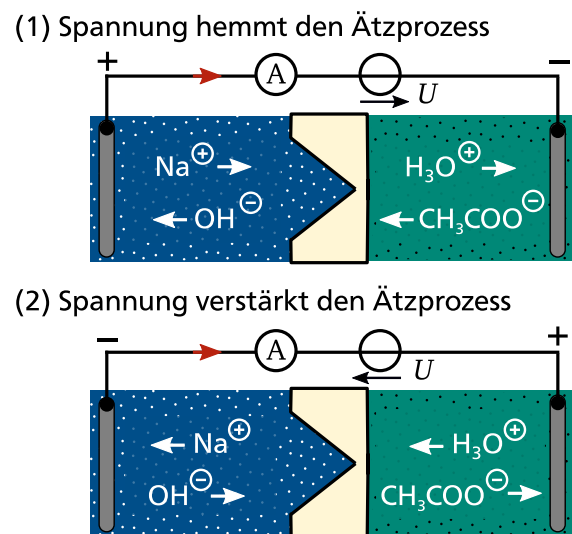
Eine weitere Anforderung war eine Automatisierung des Chemikalienabflusses sowie eine Spülung mit DI-H₂O nach dem Auslass der Chemikalien, um einen automatisierten Abbruch des Ätzvorgangs bei dem Erreichen eines Stromschwellenwertes zu ermöglichen. Dafür wurden an den DI-H₂O-Einlässen sowie dem Chemikalienabfluss elektrisch steuerbare, chemisch resistente Ventile angebracht. Mithilfe eines Mikrocontrollers und eines Python-Programms lässt sich die gesamte Ätzzelle von einem Computer aus steuern.

Im Rahmen der Bachelorarbeit von Nils Demuth [14] wurde die Ätzzelle in Betrieb genommen und untersucht, ob bereits während des Ätzprozesses über die aufgenommenen Stromkurven Rückschlüsse auf die resultierende Porengeometrie gezogen werden können. Dazu wurden zunächst die Leitfähigkeiten der am Ätzprozess beteiligten Chemikalien bei unterschiedlichen Temperaturen bestimmt. Als Ätzlösung wurden verschiedene Methanol-Beimischungen von 20 % bis 80 % zu einer Natronlauge mit einer Konzentration von 9 mol/l untersucht. Als Ätzstopplösung wurde 10%ige Essigsäure verwendet. Dabei zeigte sich, dass die Leitfähigkeit der Ätzlösung κ_{Etch} aufgrund der hohen Ionenkonzentration stets eine Größenordnung größer war als die Leitfähigkeit der Ätzstopplösung κ_{Stop} . Abhängig von der Temperatur und der Methanol-Beimischung wurden Leitfähigkeiten κ_{Etch} im Bereich von 300 bis 700 mS/cm gemessen, wohingegen für die Ätzstopplösung Leitfähigkeiten κ_{Stop} von 15 bis 23 mS/cm festgehalten wurden.

Bei der Inbetriebnahme zeigte sich auch, dass die Richtung der angelegten Spannung einen Einfluss auf die Stromverläufe hat. In Abbildung 4.11 (a) sind beispielhafte Stromverläufe der Ätzprozesse von



(a) Ausschnitt aus dem Verlauf des Ionenstrombetrags, je nach Spannungspolarität (1) bzw. (2), vergleiche (b). Im Fall (2) wird ein negativer Strom gemessen gemäß der in (b) eingezeichneten Zählpfeilrichtung (rot).



(b) Schematische Veranschaulichung der Beeinflussung der Ionenmigration aufgrund der angelegten Spannung.

Abbildung 4.11.: Die in (a) gezeigten, unterschiedlichen Ionenstromverläufe während den Ätzprozessen (Temperatur $T = 50^\circ\text{C}$, Spannung $U = 1\text{ V}$, Porendichte $1 \cdot 10^6\text{ Poren/cm}^2$) von Polycarbonatfolien je nach Spannungspolarität lassen sich dadurch erklären, dass der Ätzprozess je nach Polarität der Spannung gehemmt bzw. sogar gestoppt oder eben verstärkt wird. In (b) ist eine schematische Darstellung der beiden Polaritätsmöglichkeiten (1) oder (2) und der daraus resultierenden Ionenmigrationsrichtungen dargestellt.

Polycarbonatfolien mit einer Porendichte von $1 \cdot 10^6\text{ Poren/cm}^2$, bei denen sich unter sonst gleichen Ätzbedingungen die Anode einmal in der Ätzstopplösung (Konfiguration 1) und einmal in der Ätzlösung befindet (Konfiguration 2), präsentiert. Dabei sei auf die Zählpfeilrichtung des Stromes hingewiesen, welche mit roten Pfeilen eingezeichnet wurde.

Fungiert die Elektrode in der Ätzstopplösung als Anode, also Konfiguration 1, erreicht der Ionenstrom ein Maximum und sinkt danach wieder ab. Bei entgegengesetzter Spannungsrichtung, d.h. Konfiguration 2, zeigt der Ionenstrom einen parabelförmigen Anstieg, wie in Abbildung 4.11 (a) zu sehen ist. Dieser Anstieg war mit dem vorhandenen Potentiostaten bis zum Strömen von 100 mA beobachtbar.

Dieses völlig unterschiedliche Verhalten je nach Polarität der angeschlossenen Spannungsquelle wurde in ähnlicher Weise bereits von Apel et al. beobachtet [181].

Durch das durch die Spannungsquelle erzeugte elektrische Feld wird die Richtung der Ionenmigration beeinflusst. Da innerhalb der Ätzkammer keine oder eine zu vernachlässigbare Strömung vorkommt, sind Diffusion und durch Elektromigration die treibenden Effekte bei der Ionenmobilität. Apel et al. zeigen in einer Abschätzung, dass bereits bei geringen Spannungen die Elektromigration einen größeren Einfluss auf die Ionenmobilität hat als die Diffusion.

Der fließende Strom wird maßgeblich durch die Porengeometrie beeinflusst. Bei Konfiguration (1) werden

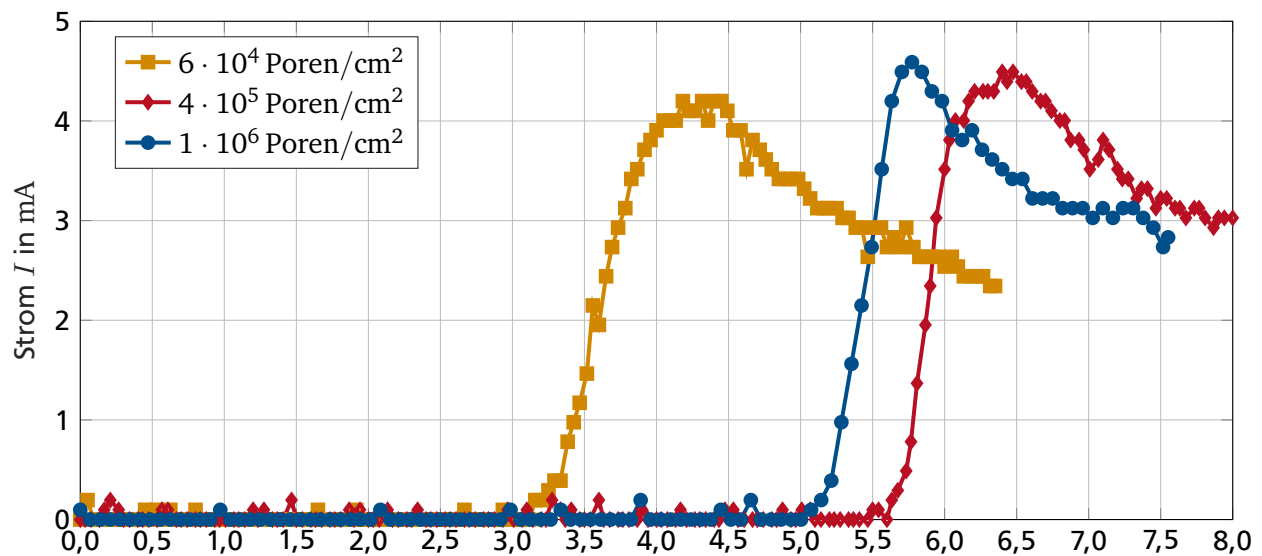


Abbildung 4.12.: Gemessene Ionenstromverläufe während der Ätzprozesse von Polycarbonatfolien mit verschiedenen Porendichten ρ bei einer Temperatur von 50°C und einer Spannung von 1 V, wobei die Anode in der Ätzstopplösung anlag. Die verwendete Ätzlösung ist eine 50%-50%-Mischung aus Methanol und Natronlauge (9 mol/l). Die Messdaten der gezeigten Kurven sind im Rahmen der Bachelorarbeit von Nils Demuth aufgenommen worden [14].

die OH^- -Ionen zur Anode gezogen und die CH_3COO^- -Ionen strömen aus der gegenüberliegenden Kammer in die Pore nach, siehe Abbildung 4.11 (b), (1). Damit wird der Ätzprozess nach der Porenöffnung gehemmt oder sogar gestoppt. Da sich die Porengeometrie nur geringfügig ändert oder sogar eine Änderung gestoppt wird, erreicht der Ionenstrom ein Maximum bzw. Plateau.

Bei entgegengesetzter Polung der Spannungsquelle verstärkt das elektrische Feld die OH^- -Bewegung in die Pore, wie in Abbildung 4.11 (b), (2) dargestellt. Der Ätzprozess wird auch nach der Porenöffnung somit fortgeführt und der elektrische Widerstand der Poren nimmt ab, da die Porenöffnungen größer werden. Damit steigt auch der fließende Ionenstrom stetig an. Bei einer radial mit konstanter Geschwindigkeit fortschreitenden Vergrößerung der Pore ergibt sich ein parabelförmiger Verlauf des Stromes.

Die Erklärung von Apel et al. erklärt die beobachteten Verläufe zwar qualitativ, jedoch ist davon auszugehen, dass die Diffusions- und Polarisationsgradienten gerade zum Zeitpunkt der Porenöffnung ebenfalls eine große Rolle spielen. Das dynamische Verhalten des Systems zum Zeitpunkt der Porenöffnung ist weiterhin noch nicht vollständig erforscht.

Trotz der unterschiedlichen Ätzverläufe je nach Spannungspolung konnte anhand von REM-Aufnahmen der Poren nicht festgestellt werden, dass die angelegte Spannung von 1 V einen messbaren geometrieverändernden Einfluss auf die entstehenden Poren hat, bevor es zur Porenöffnung kommt. Lediglich für lange Ätzzeiten nach der Porenöffnung unterscheidet sich die Porengeometrie stark. Da für die in dieser Arbeit gegebene Anwendung möglichst geringe Spitzendurchmesser angestrebt werden, ist es anzuraten, den Ätzprozess früh nach dem Zeitpunkt der Porenöffnung zu stoppen. Dabei ist Konfiguration (1) anzuraten, um den Ätzprozess nach der Porenöffnung zu hemmen oder gar zu stoppen und so die Porenspitze möglichst klein zu halten.

In Abbildung 4.12 sind weiterhin beispielhafte Stromverläufe der Ätzprozesse von Polycarbonatfolien in Konfiguration (1) mit unterschiedlichen Porendichten zu sehen. Diese wurden stets bei einer Spannung

Tabelle 4.2.: Wahl der Ätzparameter zum Fertigen von Polycarbonatmembranen mit Porenbasisdurchmessern im Bereich von 3 bis 4 μm .

Parameter	Wert
Methanol-Beimischung	40 % bis 50 %
Temperatur	48 °C bis 50 °C
Spannung	1 V
Polarität der Spannungsquelle	Konfiguration (2)
Stromschwellenwert	0 mA bis 20 mA

von 1 V und einer Prozesstemperatur von 50 °C aufgenommen. Das Maximum des Stromes, genauso wie die Steigung oder der Durchbruchzeitpunkt, ist offenbar weder von der Porendichte noch der Porengeometrie abhängig, da bei den Ätzverläufen Poren mit sehr ähnlichen Porengeometrien resultierten. Aus der Literatur [192] ist bekannt, dass die Lagerdauer der Folien zwischen Bestrahlung und Ätzung den Durchbruchzeitpunkt beeinflussen können. Folglich ist es aufgrund der Unkenntnis der exakten Lagerdauer auch nicht möglich von dem während des Ätzprozesses gemessenen Ionenstrom auf die Porengeometrie zu schließen.

Da die Ionenstromverläufe bei stets gleichen Ätzparametern für den jeweilige Folientyp, d.h. für die jeweilige Porendichte, aber reproduzierbar und wiederholt identisch verlaufen, lassen sie sich Schwellwerte der Ionenströme zur Charakterisierung der einzelnen Folientypen nutzen, um reproduzierbare Porengeometrien der jeweiligen Porendichte herzustellen.

Um Poren mit einem Basisdurchmesser im Bereich von 3 bis 4 μm bei möglichst geringer notwendiger Prozessdauer zu erhalten, werden die in Tabelle 4.2 aufgelisteten Parameterbereiche verwendet.

Nach der asymmetrischen Ätzung liegen die Polycarbonatmembranen zur Weiterverwendung vor. Jedoch lässt sich beobachten, dass die so hergestellten Polymerfolien nicht vollständig von wässrigen Lösungen benetzt werden, d.h. auch Elektrolyte sich nicht auf der Oberfläche verteilen oder in bzw. durch die Poren dringen. Eine anschließende direkte Weiterverwendung der Polycarbonatmembranen für die galvanische Abformung der Poren ist gerade bei Porendichten unterhalb von $1 \cdot 10^6$ Poren/ cm^2 daher nicht empfehlenswert. Eine Lösung für dieses Problem wird im folgenden Kapitel vorgestellt.

4.2. Verbesserung der Benetzbarkeit der Polycarbonatmembranen

Ein Maß für die Benetzbarkeit einer Oberfläche durch eine Flüssigkeit ist der sogenannte Kontaktwinkel, den ein Tropfen der Flüssigkeit mit der Oberfläche bildet [193]. Medien mit Kontaktwinkeln von weniger als 90° werden als hydrophil und größer als 90° als hydrophob bezeichnet. Der Kontaktwinkel ist von den Oberflächenenergien der beiden Materialien abhängig, also sowohl von der Oberflächenenergie der zu benetzenden Oberfläche als auch von der Oberflächenspannung der benetzenden Flüssigkeit. Generell gilt, je unpolarer eine Oberfläche ist, desto hydrophober ist sie. Tropfen aus DI-H₂O haben auf Polycarbonat-Folien im unbehandelten Zustand einen Kontaktwinkel von circa 75° [194, 195]. Dieser Kontaktwinkel führt dazu, dass Flüssigkeiten nicht in die Poren eindringen und die Folie vollständig benetzen. Dies ist aber notwendig für eine nachfolgende galvanische Abscheidung von Metall in die Poren.

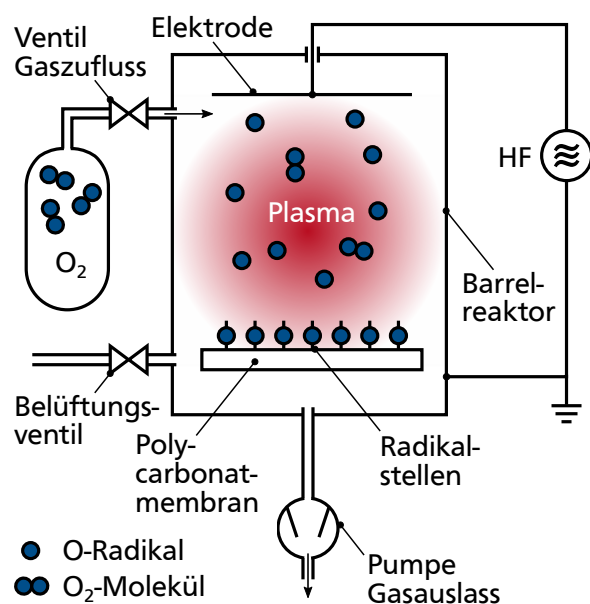
Polymere wie beispielsweise Polytetrafluorethylen (PTFE, Teflon), welche von Natur aus hydrophob sind, lassen sich nasschemisch oder mittels einer Plasmabehandlung aktivieren und so den Kontaktwinkel senken. In der Regel können die Wirkungen von Plasmen auf die Aktivierung der Oberfläche und ein Ätzen des Materials beschränkt werden [196]. Beide Prozesse hängen stark von Parametern wie der Gasart, dem Druck und der Plasmaleistung ab. Edelgasplasmen, wie beispielsweise Argon-Plasmen, reinigen die Oberflächen von organischen Rückständen [197]. Da sie aber rein physikalisch Material abtragen, ist dieser Abtrag aber vergleichsweise gering. Sauerstoff-Plasmen hingegen reagieren auch chemisch mit den Polymeren, so dass dort in einem stärkeren Maße Bindungen der Polymere aufgebrochen und polare Gruppen an der Oberfläche erzeugt werden. Die Aktivierung kann bereits innerhalb kürzester Zeit in eine Sättigung gehen. Muir et al. beobachteten bereits nach 2 Sekunden O₂-Plasmabehandlung eine maximale Oberflächenaktivierung [198]. Nach der Aktivierung tritt ein Materialabtrag auf. Zudem lässt sich festhalten, dass die Oberflächenaktivierung bei Lagerung an Luft mit der Zeit wieder abnimmt [199]. Eine nasschemische Aktivierung ist immer mit einem Ätzen verbunden und somit für die Anwendung an Polymermembranen uninteressant.

Kommerziell erhältliche Polycarbonatmembranen werden zur dauerhaften Hydrophilisierung mit einer Beschichtung aus Polyvinylpyrrolidon (PVP) versehen. PVP ist ein polares, wasserlösliches Polymer, welches aufgrund seiner hohen Hydrophilität als Beschichtungsmaterial verwendet wird. Es ist als Pulver mit unterschiedlichen mittleren Polymerkettenlängen (K10 bis K100) erhältlich. Die Beschreibungen der Prozessparameter zur Beschichtung von Polycarbonatmembranen oder -folien mit PVP sind in der Literatur überaus dürftig. Kessler et al. nehmen zunächst eine Argon-Plasmabehandlung an einer Polymermembran vor und erhalten anschließend eine Beschichtung durch Tauchen in eine Lösung aus DI-H₂O mit einer PVP-Beimischung von einem 1 Gewichtsprozent (1 w%) [200]. Anschließend werden die Membranen für eine Stunde bei 50 °C getrocknet. Li et al. verwenden eine 15 w% PVP-Lösung, mit denen die Membranen in einem Ultraschallbad benetzt werden, bevor die Membran mit Ethanol abgespült werden [201]. Eine vorherige Plasmaaktivierung wird von Li et al. nicht erwähnt.

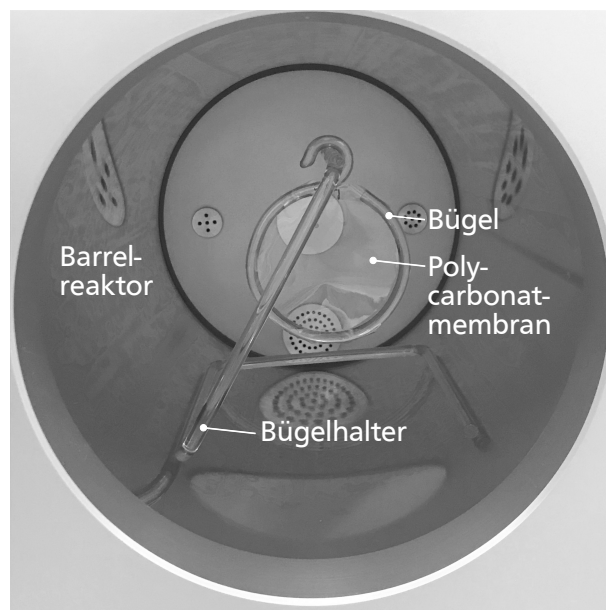
Nach dieser Recherche wird entschieden, die Polymermembranen vor der nachfolgenden galvanischen Abscheidung mit einem O₂-Plasma zu aktivieren. Damit soll vor allem die Hydrophilität der Membranen gesteigert werden, damit flächig homogene galvanische Abscheidungen möglich sind. Da eine Lagerung der Polymermembranen nach der Aktivierung nicht vorgesehen ist, wird auf eine Beschichtung mit PVP verzichtet.

Zur Aktivierung wird eine Niederdruck-Plasmaanlage vom Typ Diener Nano verwendet, deren schematischer Aufbau in Abbildung 4.13 (a) dargestellt ist. Beim Auflegen auf den bisher zur Verfügung stehenden, gitterförmigen Probenhalter werden Bereiche der Membranoberfläche nicht aktiviert, da sie dort das Gitter berühren und Flächen so abgeschattet werden. Um die Polymermembranen möglichst von beiden Seiten mit minimierten Abschattungen aktivieren zu können, wurde ein Probenhalter zur Aufhängung von Polymermembranen an Bügeln aus Borosilikatglas in der Glasbläserei des Fachbereichs Chemie der Technischen Universität Darmstadt angefertigt. Bei diesem in Abbildung 4.13 (b) gezeigten Probenhalter werden nur Bereiche am Rand der Membran Bereiche durch zwei zur Befestigung verwendete Kaptonklebestreifen abgeschattet.

Eine flächige Verbesserung der Hydrophilität der Membranen und deutliche Senkung des Kontaktwinkels konnte nach 120 s Aktivierung bei einem Druck von 0,5 mbar und 100 W Leistung festgestellt werden. Der Kontaktwinkel war nach der Aktivierung so gering, dass dieser mit dem zur Verfügung stehenden Lichtmikroskop Keyence VHX 6000 nicht mehr exakt messbar war. Ein Ätzen und somit Verringern der Membrandicke wurde bei den genannten Plasmaparametern erst nach 300 s beobachtet. Um näher zu



(a) Skizze der Plasmaaktivierungsanlage Diener Nano, angelehnt an Zeichnung 8 von [202].



(b) Probenhalter aus Glas mit Bügelhalter und Bügeln für die Oberflächenaktivierung von Polycarbonatmembranen im Barrelreaktor der Plasmaaktivierungsanlage Diener Nano.

Abbildung 4.13.: In der in (a) schematisch dargestellten Plasmaaktivierungsanlage Diener Nano wird mit Hilfe einer Hochfrequenzspannungsquelle (HF) innerhalb des sogenannten Barrelreaktors ein O_2 -Plasma gezündet, wobei freie Sauerstoffradikale (O) gebildet werden. Diese können sich entweder an der Oberfläche der Polycarbonatmembranen anlagern oder OH-Bindungen aufbrechen und so polare Radikalstellen an der Oberfläche erzeugen. Dadurch steigt die Benetzbarkeit und Hydrophilität der Polycarbonatmembranen. Um diese Benetzbarkeit möglichst großflächig auf der Polycarbonatmembran zu erzeugen, wird ein dafür spezifisch gefertigter und in (b) abgebildeter Probenhalter aus Glas verwendet.

untersuchen, ob die Porenspitzen in diesem Prozess beispielsweise aufgrund von Plasmaätzen vergrößert werden, wurden Proben der gleichen Polycarbonatmembran für unterschiedliche Prozesszeiten im O_2 -Plasma aktiviert und anschließend mittels Ultramikrotomie und Transmissionselektronenmikroskopie (TEM) am Fachgebiet Physikalische Metallurgie an der Technischen Universität Darmstadt untersucht. Dabei wurde auch bei einer O_2 -Plasmaaktivierung von bis zu 240 s Dauer keine erkennbare Vergrößerung der Porenspitzen beobachtet. Um eine vollständige Hydrophilisierung zu gewährleisten, werden die Polymermembranen im Folgenden für 120 s bei einem Druck von 0,5 mbar und 100 W Leistung aktiviert.

Nach der Herstellung der Polymermembranen folgt im nächsten Schritt des Fertigungsprozesses der Nanokonzen die galvanische Abscheidung des gewünschten Metalls in die Poren.

4.3. Galvanische Herstellung metallischer Nanokonzen

In diesem Abschnitt werden die Grundlagen der elektrochemischen, galvanischen Abscheidung erläutert und anschließend auf die Besonderheiten bei der Abscheidung in Mikro- oder Nanoporen eingegangen. Für eine weitergehende Betrachtung der physikalischen Zusammenhänge der Galvanik sei an dieser Stelle auf

„Galvanotechnik - Grundlagen, Verfahren und Praxis einer Schlüsseltechnologie“ von Nasser Kanini [203] verwiesen. Eine ausführliche theoretische Beschreibung der wirkenden Prozesse der Galvanik in Mikro- oder Nanoporen wurde beispielsweise in der Dissertation von Felix Greiner [204] dargelegt. Abschließend werden der für diese Mikro-Nano-Galvanik gefertigte Aufbau sowie die für die Abscheidungen verwendeten Prozessparameter vorgestellt.

4.3.1. Grundlagen des elektrochemischen Galvanisierens

Als Galvanisieren wird das metallische Beschichten von Gegenständen mithilfe von wässrigen Elektrolyten, in denen Metalle als Ionen vorliegen, bezeichnet [203]. Es wird grundsätzlich zwischen der chemischen und der elektrochemischen Metallabscheidung unterschieden. Erstere wird auch als stromlose bzw. außenstromlose Metallabscheidung bezeichnet und findet ihre Anwendung in der Beschichtung nicht-metallisierter Gegenstände, wie beispielsweise Kunststoffen. Bei der elektrochemischen Metallabscheidung, auf welche an dieser Stelle der Fokus gelegt wird, werden durch Anlegen eines elektrischen Feldes Metallionen auf einem zu beschichtenden Gegenstand abgeschieden. Der zu beschichtende Gegenstand fungiert als Kathode, welche in diesem Fall auch als Arbeitselektrode bezeichnet wird, wohingegen die felderzeugende Elektrode als Anode beziehungsweise Gegenelektrode bezeichnet wird, wie in Abbildung 4.14 (a) gezeigt. Die Metallabscheidung auf der Arbeitselektrode beruht grundsätzlich darauf, dass sich Metallionen mit an der Arbeitselektrode bereitgestellten Elektronen entladen können und so an der Oberfläche anlagern.

Hinsichtlich des Metallionentransportes im Elektrolyten spielen drei physikalische Prozesse bei der Galvanik eine Rolle [203]. Zum einen zählt dazu die **Migration** der Ionen aufgrund des elektrischen Feldes, zum anderen die **Konvektion**, also die Bewegung der Metallionen durch Strömungen im Elektrolyten, und zudem die **Diffusion** basierend auf der thermodynamischen Brownschen Molekularbewegung.

Der Anteil der Migration an der Ionenbewegung ist gering, da diese aufgrund von Stößen im Elektrolyt auf eine Geschwindigkeit von wenigen $\mu\text{m/s}$ gebremst wird. Die Konvektion, ohne mechanisches Zutun wie beispielsweise Rühren oder Pumpen, geschieht allein über Temperaturgradienten im Elektrolyten. Da mit dieser natürlichen Konvektion keine Verminderung der Metallionen-Konzentration an der Arbeitselektrode verhindert werden kann, werden in der Praxis zusätzlich mechanische Strömungen mittels Pumpen oder Lufteinführungen erzeugt. Im Laboraufbau wird dies beispielsweise durch einen Magnetrührer realisiert. So kann die Metallionenkonzentration in der Nähe der Arbeitselektrode konstant gehalten werden. Die Diffusion spielt gerade in der Nähe der Arbeitselektrode eine große Rolle, denn die Metallionen müssen zum Erreichen der Arbeitselektrode zwei Barrierschichten durchdringen. Strömungen nehmen an den Randgebieten, wie an der Arbeitselektrode, stark ab, so dass der Stofftransport ab einem gewissen Abstand lediglich noch über Diffusion geschieht. Dieser Bereich wird als Nernstsche Diffusionsschicht (NDS) bezeichnet und kann eine Dicke von bis zu $500\ \mu\text{m}$ haben [204], siehe Abbildung 4.15 (b). Direkt an der Arbeitselektrode bildet sich weiterhin durch die Abscheidung der Metallionen eine elektrolytische Doppelschicht (EDS) aus Elektronen und Metallionen, in welcher die Entladung der Metallionen stattfindet. Die galvanische Abscheidung senkt die Konzentration der Metallionen in der elektrolytischen Doppelschicht, so dass ein Konzentrationsgradient zwischen der Arbeitselektrodenoberfläche und dem Elektrolyten jenseits der Nernstschen Diffusionsschicht entsteht. Grundvoraussetzung für eine homogene Schichtabscheidung ist daher, dass die Ionenkonzentration im Elektrolyten jenseits der Nernstschen Diffusionsschicht konstant bleibt und es nicht zusätzlich lokal zu einer „Verarmung“ kommt.

Bei der galvanostatischen Abscheidung, also bei konstantem Strom, werden pro Zeiteinheit gleich viele Metallionen auf der Arbeitselektrode abgeschieden. Bei der potentiostatischen Abscheidung, also bei konstanter Spannung, werden pro Flächeneinheit gleich viele Metallionen angelagert. Ändert sich die

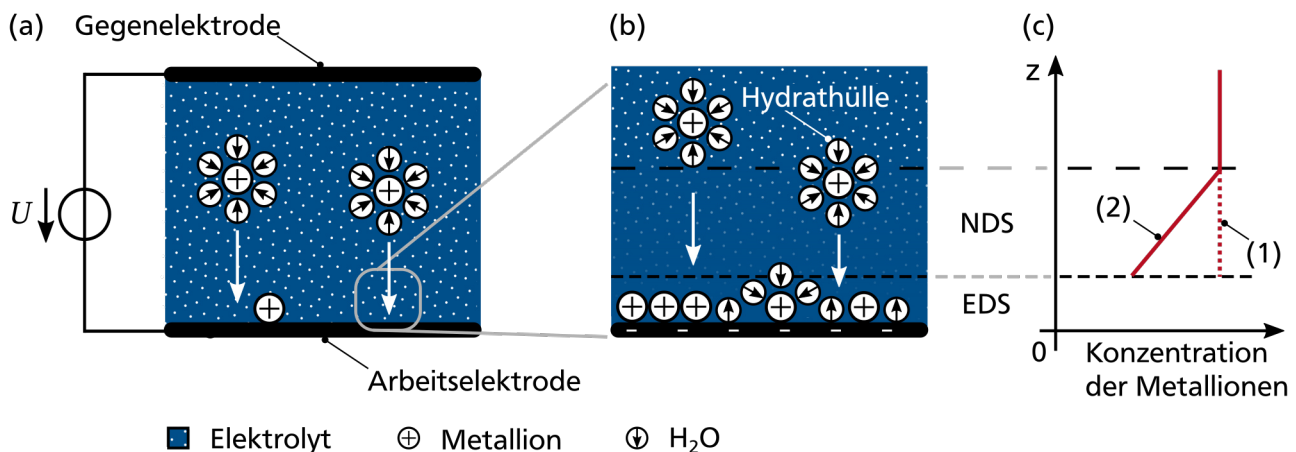


Abbildung 4.14.: Schematische Darstellung der galvanischen Abscheidung. (a) Gezeigt ist der Aufbau einer galvanischen Zelle zur elektrochemischen Metallabscheidung. Die elektrochemische Galvanik basiert auf der Anlagerung von Metallionen an einer metallisierten Arbeitselektrode, an welcher sich die Metallionen mit dort vorhandenen Elektronen entladen können. (b) und (c) Um an die Arbeitselektrode zu gelangen müssen die Metallionen, welche von einer sogenannten Hydrathülle aus polaren H_2O -Molekülen umgeben sind, die Nernst'sche Diffusionsschicht (NDS) und die Elektrolytdoppelschicht (EDS) durchqueren. Dabei müssen sie ihre Hydrathülle abstreifen. Die Konzentration der Metallionen innerhalb des Elektrolyten ist ohne Abscheidung überall konstant (1). Jedoch führt das Anschalten einer Spannung und der damit einhergehenden Abscheidung zu einem Konzentrationsgefälle zwischen der EDS an der Arbeitselektrode und dem Elektrolyten jenseits der NDS (2). In dem schraffierten Bereich, welcher die EDS kennzeichnet, lässt sich keine Konzentration definieren.

Fläche während dem Prozess, ist eine galvanostatische Abscheidung unvorteilhaft. In diesem Fall ändert sich währenddessen die Abscheiderate und die Spannung steigt an, was zur Erzeugung von Wasserstoff an der Arbeitselektrode führen kann. Dieser wird dann in den abgeschiedenen Schichten eingelagert oder es bilden sich Gasblasen, die an der Oberfläche haften und dort eine weitere Abscheidung unterbinden. In einem solchen Fall ist eine potentiostatische Abscheidung zu bevorzugen.

Spitzen oder Kanten auf der Arbeitselektrode führen zu Feldüberhöhungen, so dass bei Abscheidungen mit konstanter Spannung oder konstantem Strom an diesen Stellen eine erhöhte Abscheiderate vorliegt. Um stattdessen eine homogene Schichtabscheidung erreichen zu können, stehen verschiedene Möglichkeiten zur Verfügung.

Zum einen kann die Abscheidung statt potentiostatisch bzw. galvanostatisch auch gepulst geschehen. Die gepulste Abscheidung bietet sich an, um bei kleinen, lokal definierten Abscheideflächen eine gleichmäßigere Schichtdicke zu erreichen als mit potentiostatischen Abscheidung. Im Allgemeinen wird dabei zwischen einem Abscheide-Puls, einem Reverse-Puls und einem Ruhe-Puls unterschieden. Der Reverse-Puls, bei dem die Spannung invertiert wird, kann bei geeigneten Elektrolyten zu einem Abtrag speziell an Stellen mit Feldüberhöhungen führen und somit Schichterhöhungen wieder abtragen. Der Ruhe-Puls, bei dem die Spannung entweder stark gemindert oder abgeschaltet wird, dient dem Austausch des Elektrolyten mittels Diffusion. So können lokale Verarmungen an Metallionen des Elektrolyten verringert werden, da sich dieser mittels Diffusion während des Ruhe-Pulses austauschen kann. Dies bietet sich insbesondere bei für den Elektrolyten schwer zugänglichen Stellen wie beispielsweise Hinterschneidungen oder kapillaren Strukturen an.

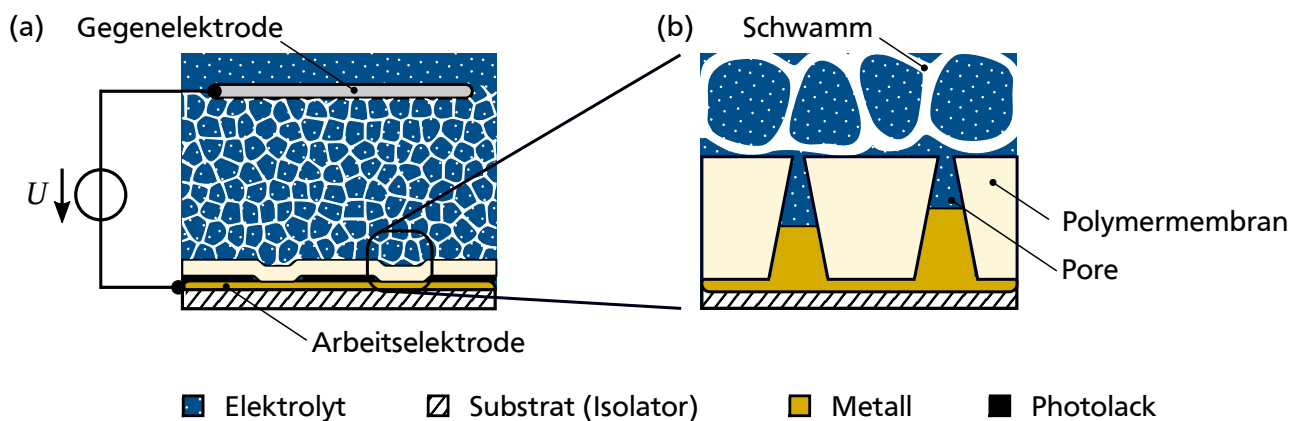


Abbildung 4.15.: Schematische Darstellung des Aufbaus einer Galvanischen Zelle zur elektrochemischen Metallabscheidung in die Poren von Polymermembranen. (a) Dabei wird ein in Elektrolyt getränkter Schwamm verwendet, um die Polymermembran während der Abscheidung an die Arbeitselektrode zu pressen und dort zu fixieren. (b) Bei der Herstellung metallischer Nanokonzen wird dabei die Polymermembran so ausgerichtet, dass die Abscheidung durch die Spitze der Poren geschieht. Sind die Spitzen unterschiedlich groß oder die Elektrolytkonzentration inhomogen, kann dies zu variablen Abscheideraten führen, wie in (b) angedeutet.

Zum anderen lassen sich dem Elektrolyten Additive hinzufügen. Dazu gehören Glanzbilder, Einebner und Tenside (Netzmittel). Glanzbildner ermöglichen die Herstellung von feinkristallinen Schichten mit geringer Oberflächenrauigkeit. Einebner sorgen dafür, dass die Abscheiderate an Spitzen gesenkt und an Kerben erhöht wird. So können beispielsweise Unebenheiten auf den Substraten ausgeglichen werden. Tenside sorgen für eine vollständige Benetzung der Arbeitselektrode durch eine Senkung der Oberflächenspannung des Elektrolyten.

4.3.2. Galvanische Abscheidung in Mikro- und Nanoporen

Die galvanische Abscheidung in Polymermembranen stellt eine besondere Herausforderung dar, da die Polymermembran vollständig vom Elektrolyten benetzt werden muss, was auch den Innenraum der Poren einschließt. Je nach Polymerart ist dafür eine Vorbereitung der Polymermembran notwendig. In Kapitel 4.2 wurde die für die Polycarbonatmembranen gewählte Methode der Plasmaaktivierung bereits vorgestellt.

Zur mikrotechnischen Integration der metallischen Nanostrukturen gilt es, die Polymermembran möglichst nah an der Oberfläche eines metallisierten Substratwafers, welcher in diesem Fall der Arbeitselektrode entspricht, zu bringen, wenn möglich auch in direktem Kontakt, und dort während der galvanischen Abscheidung zu fixieren. Das Anpressen mithilfe eines Elektrolyt-getränkten Schwammes hat sich in der Vergangenheit bewährt [163, 204], wie in Abbildung 4.15 dargestellt. Der Schwamm wird zwischen Gegenelektrode und Polymermembran positioniert und der gesamte Aufbau mit der Kraft von einigen 100 N zusammengepresst.

Um sicherzustellen, dass die Abscheidung nur auf den gewünschten Flächen geschieht, gibt es verschiedene Möglichkeiten. Zum einen lässt sich die Metallisierung strukturieren, wenn das Substrat selbst ein Isolator ist, wie in Abbildung 4.15 dargestellt. Zum anderen lässt sich die Metallisierung mit einem Photolack maskieren. Der Photolack verhindert eine Abscheidung an den von ihm abgedeckten Bereichen. Eine weitere Option

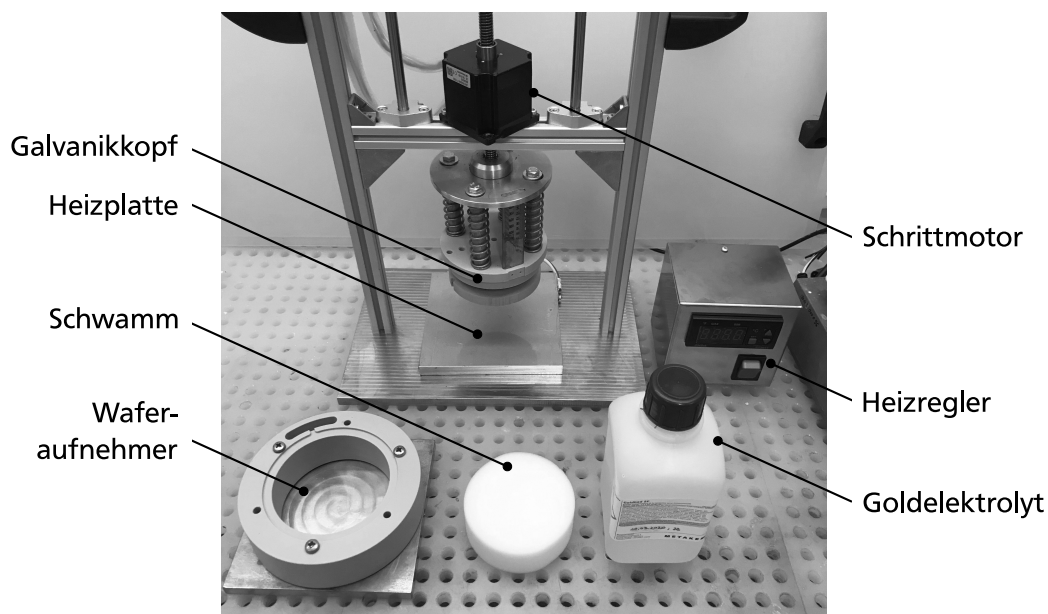


Abbildung 4.16.: Foto der in dieser Arbeit verwendeten Schwamm-Galvanik.

ist die Strukturierung der Polymermembran. Da sowohl die Strukturierung der Metallisierung als auch die Herstellung einer strukturierten Photolackschicht Standardprozesse in der Photolithografie darstellen, werden diese als Teil des präsentierten Prozesses verwendet. Für unebene, strukturierte Substrate muss dabei statt dem üblichen Spin Coating von Photolack auf eine Sprühbelackung zurückgegriffen werden.

Für die Abscheidung durch die Spitze der Pore muss umso mehr beachtet werden, dass die Elektrolytbewegung in der Pore als nahezu vollständig diffusionsgesteuert angenommen werden muss [204]. Denn bei einer Spitze mit einem Durchmesser in der Größenordnung von 100 nm und einem Basisdurchmesser in der Größenordnung von 1 μm ist die Abscheidefläche anfangs um den Faktor 100 größer als die Porenöffnung an der Porenspitze.

Das Verwenden eines Schwamms hemmt den für ein homogenes Wachstum notwendigen Austausch des Elektrolyten oberhalb der Poren. Entsprechend ergeben sich bei Verwendung des Gesamtaufbaus ohne mechanische Bewegung Stellen, an denen der Elektrolyt „verarmt“. Eine Lösung bietet das zyklische Zusammenpressen des Schwamms, so dass der Elektrolyt innerhalb des Schwamms stets ausgetauscht wird und wieder als nahezu homogen durchmischt angenommen werden kann. Die technische Realisierung einer solchen galvanischen Zelle ist in Abbildung 4.16 zu sehen, welche in dieser Arbeit im Herstellungsprozess der metallischen Nanokonzen verwendet wurde.

Die galvanische Abscheidung wird in dieser Arbeit mit den im Folgenden beschriebenen Schritten durchgeführt. Unmittelbar vor der galvanischen Abscheidung wird der Wafer mit Kupferband kontaktiert, in den Waferaufnehmer gespannt und mit 20 ml Gold-Elektrolyt Goldbad SF der Firma Metakem bedeckt. Die Polymermembran mit den konischen Poren wird, wie in Kapitel 4.2 beschrieben, Plasma-aktiviert und nach der Aktivierung unverzüglich in den Elektrolyt oberhalb des Wafers gelegt, siehe Abbildung 4.17 (g). Danach wird ein mit dem Elektrolyt getränkter Schwamm eingelegt, der Galvanikkopf in die Halterung gefahren und der Gesamtaufbau auf eine Gesamttemperatur von 55 °C erwärmt. Die Abscheidung wird bei 0,4 V durchgeführt und währenddessen kontinuierlich der Schwamm zyklisch zusammengepresst, damit der Elektrolyt nicht verarmt. Nach 1,5 h wird der Abscheidvorgang gestoppt und geprüft, ob Überwachungen erkennbar sind. Gegebenenfalls wird die Abscheidung fortgeführt, aber in der Regel nach 2 h beendet.

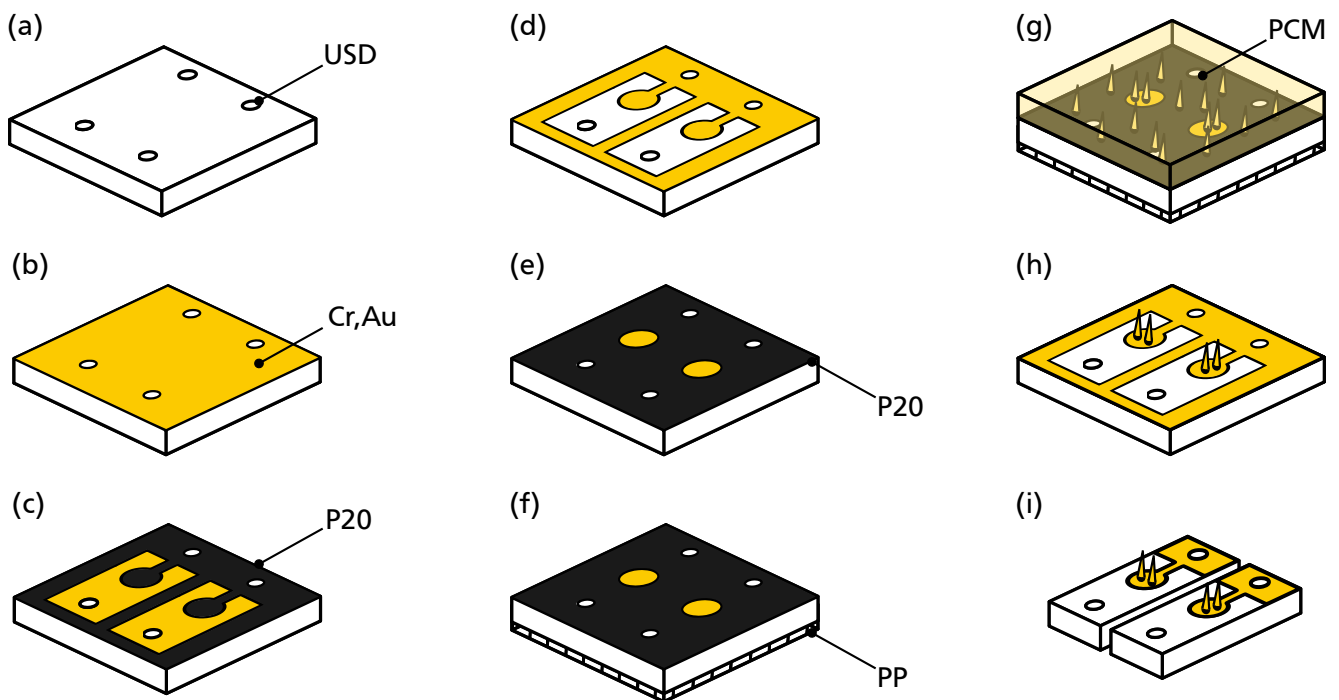


Abbildung 4.17.: Schematische Übersicht über die einzelnen Prozessschritte zur Herstellung von FE-Kathoden mit metallischen Nanokonen. (a) In einen Borosilikatglaswafer werden Ultraschall-gebohrte Durchführungen (USD) eingebracht. (b) Der Wafer wird mit Chrom (Cr) und Gold (Au) bedampft. (c) Zur Strukturierung der Metallisierung wird eine als Ätzmaste dienende Schicht aus Positive P20 Lack aufgesprüht. (d) Die Metallisierung wird nasschemisch an den nicht vom Lack abgedeckten Bereichen geätzt und anschließend der Lack nasschemisch mit Lösemitteln entfernt. (e) Eine neu aufgesprühte Lackschicht Positive P20 Lack dient als Maskierung für die nachfolgende galvanische Abscheidung. (f) Eine Klebefolie aus Polypropylen (PP) verhindert Leckagen während der Abscheidung durch die USD. (g) Die galvanische Abscheidung geschieht durch die auf dem Wafer platzierte Polycarbonatmembran (PCM). (h) und (i) Nach nasschemischen Auflösen der PCM, Reinigen des Wafers und Entfernen der PP-Folie wird der Wafer in die einzelnen Kathoden vereinzelt.

4.3.3. Vorstellung des photolithographischen Prozesses zur Herstellung von FE-Kathoden

Eine Übersicht über die einzelnen Schritte des in dieser Arbeit verwendeten Prozesses zur Herstellung von FE-Kathoden mit metallischen Nanokonen wird in Abbildung 4.17 gegeben.

Zur Herstellung von FE-Kathoden werden zunächst Durchführungen mittels Ultraschallbohren in 4-Zoll-Borosilikatglaswafer eingebracht, siehe Abbildung 4.17 (a). Infolgedessen werden die Wafer einseitig mit Chrom (20 nm) und Gold (300 nm) bedampft, wobei das Chrom als Haftvermittler zwischen dem Gold und dem Glassubstrat dient, siehe Abbildung 4.17 (b). Um diese Metallschicht zu strukturieren, wird im nächsten Schritt der Wafer auf eine Temperatur von 125 °C aufgewärmt und eine Schicht Sprühlack Positive P20 aufgesprüht. Der Lack wird für 90 s (ghi-line) belichtet und anschließend entwickelt, siehe Abbildung 4.17 (c). Danach werden die nicht vom Lack abgedeckten Bereiche der Metallisierung mit einer Goldätze aus Kalium-Iodid und Iod (4 g KI : 1 g J₂ : 40 ml Di-H₂O) und TechniEtch Cr01 von MicroChemicals geätzt, so dass die Metallisierung die gewünschte Struktur bekommt. Der Lack wird im Anschluss mittels

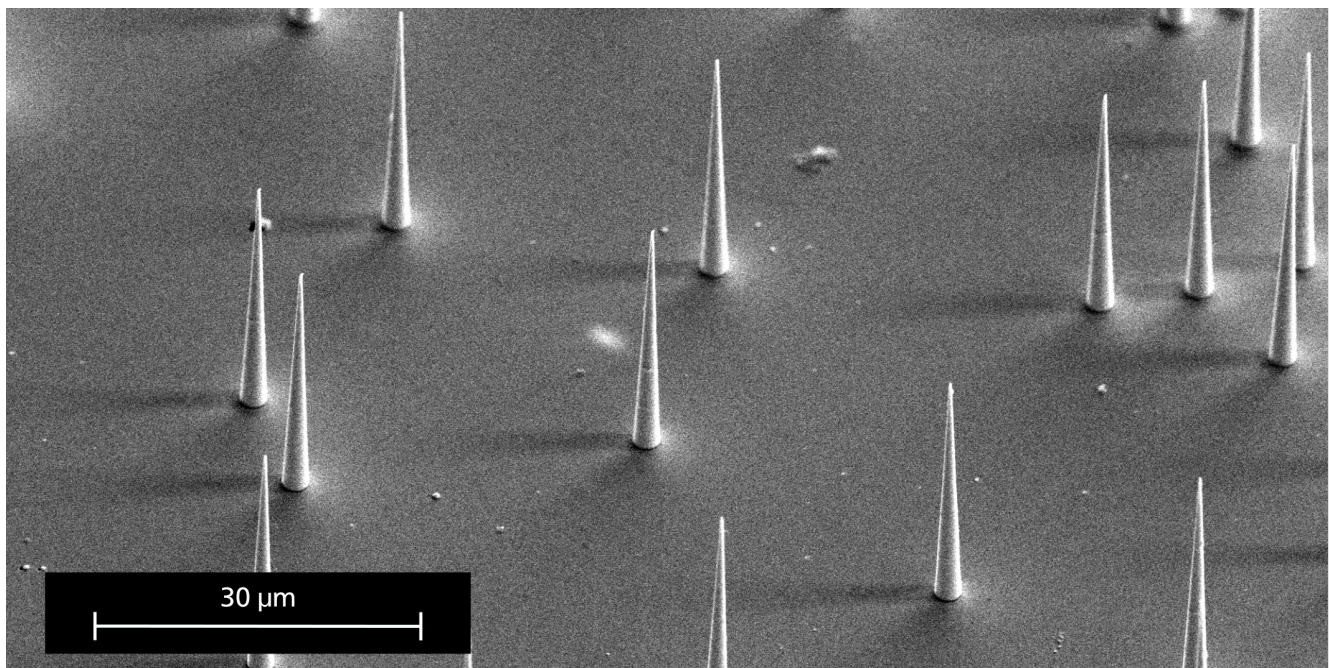


Abbildung 4.18.: REM-Aufnahme von Nanokonen aus Gold mit einer Verteilungsdichte von $\rho = 1 \cdot 10^5$ Emitter/cm².

Aceton und Isopropanol gestrippt, siehe Abbildung 4.17 (d), und eine neue Schicht aufgesprüht, welche als Schutzbeschichtung für die galvanische Abscheidung dient. Die neue Lackschicht wird ebenfalls wie die vorherige behandelt und lediglich die Bereiche der Metallisierung freigelegt, auf denen nachfolgend metallische Konen aufwachsen sollen, siehe Abbildung 4.17 (e). Um den Wafer für die Galvanik vollständig vorzubereiten und diesen in die Waferhalterung der Galvanik einlegen zu können, wird eine Polypropylen-Folie auf die Rückseite aufgeklebt, so dass die Ultraschall-gebohrten Durchführungen für den Elektrolyten keine Leckagen darstellen, siehe Abbildung 4.17 (f).

Danach wird die galvanische Abscheidung wie in Kapitel 4.3.2 beschrieben durchgeführt. Nach dem Stoppen der galvanischen Abscheidung wird der Wafer mit der daran haftenden Polycarbonatmembran in einer Schale Dichlormethan gelegt, welches die Polycarbonatmembran auflöst. Nach einer Dauer von 15 min wird der Wafer in Aceton, Isopropanol, wieder Aceton und anschließend DI-H₂O getaucht, um ihn von Rückständen, beispielsweise vom Elektrolyten, zu befreien, siehe Abbildung 4.17 (h). Die PP-Folie wird ebenfalls entfernt. Schlussendlich können die Kathoden aus dem Wafer mit der Wafersäge vereinzelt werden, siehe Abbildung 4.17 (i). Um die Konen während des Sägeprozesses zu schützen, werden diese in ma-P 1215 Photoresist eingebettet, welcher nach dem Sägen nasschemisch wieder entfernt wird. Die einzelnen Prozessparameter sind in einem Prozessprotokoll in Anhang A.4 festgehalten.

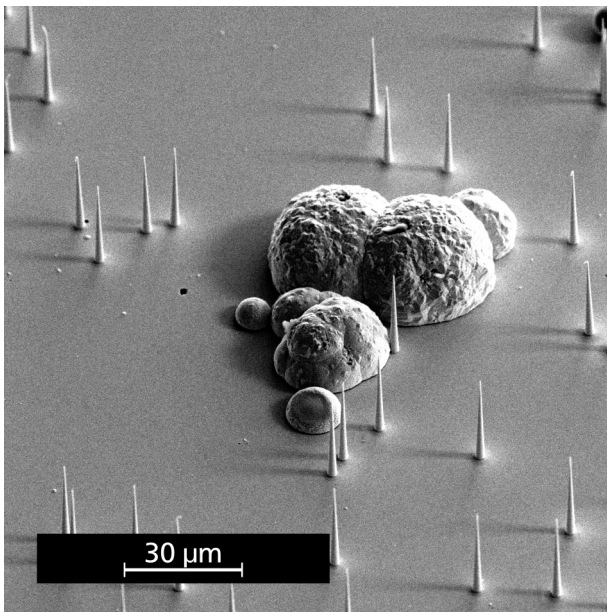
Anschließend lassen sich die metallischen Nanokonen unter dem Rasterelektronenmikroskop begutachten. In Abbildung 4.18 ist eine REM-Aufnahme von freigelegten Gold-Nanokonen zu sehen.

4.3.4. Typische Defekte bei der galvanischen Abscheidung in Polymermembranen

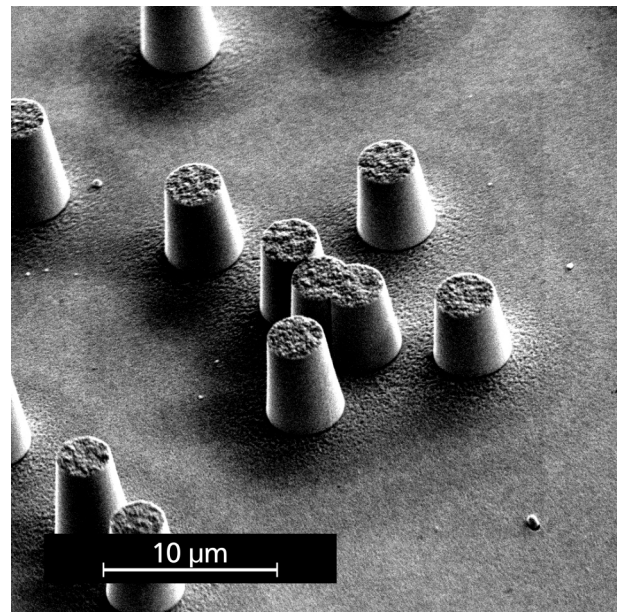
Im Folgenden sollen einige typische, beim Herstellungsprozess auftretende Defekte präsentiert werden.

Dazu gehören Überwachsungen („Caps“), wie in Abbildung 4.19 (a) dargestellt, welche vorkommen, wenn die Metallabscheidung nicht mit Erreichen der Konenspitze gestoppt wird. Das Gegenteil von Überwachsungen bildet das unvollständige Wachstum von Konen, siehe Abbildung 4.19 (b). Werden die Konen einer mechanischen Kraft im Rahmen einer unsachgemäßen Handhabung ausgesetzt, so treten Verbiegungen der Konen auf, wie in Abbildung 4.19 (c) gezeigt. Außerdem können die Nanokonen während des nasschemischen Entfernens der Membran auch abgerissen werden, wenn sich die Membran aufgrund von Auftrieb in dem Lösungsmittel anhebt, siehe Abbildung 4.19 (d). All diese Effekte sind unerwünscht, lassen sich mit Ausnahme der unsachgemäßen oder ungeschickten Handhabung zum aktuellen Zeitpunkt aber nicht vollständig vermeiden.

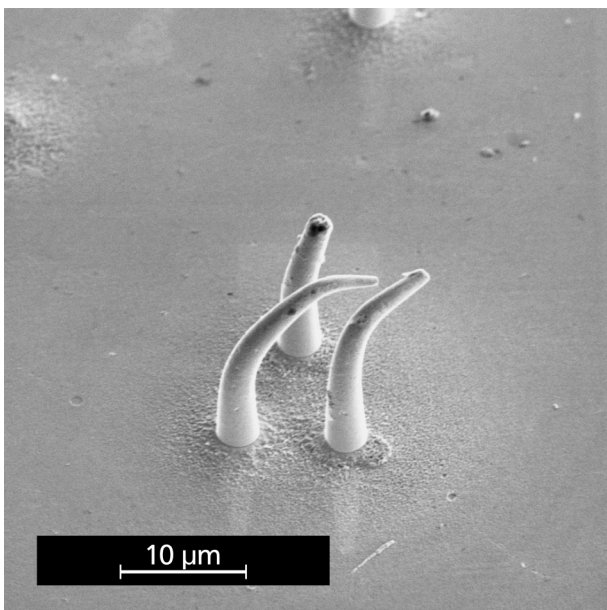
Im nächsten Kapitel wird eine Modellierung zur Optimierung der Verteilung der mit dem vorgestellten Verfahren hergestellten konischen Feldemitter vorgestellt.



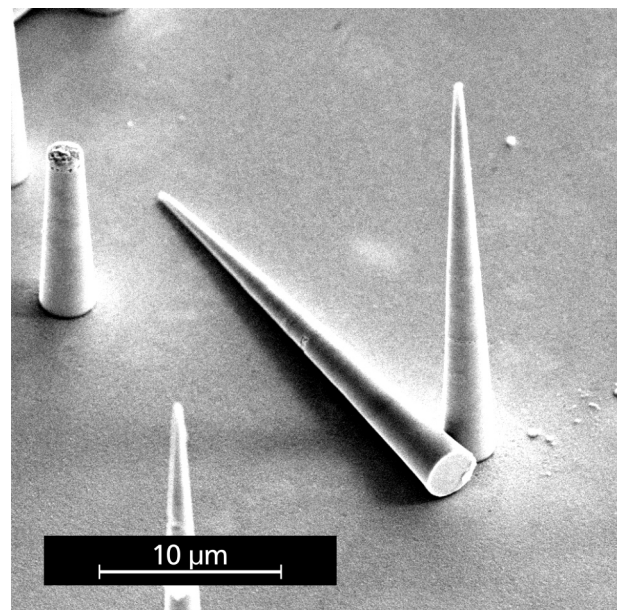
(a) Überwachsungen, sogenannte „Caps“.



(b) Unvollständig gewachsene Konen.



(c) Verbogene Konen.



(d) Abgerissener Konus.

Abbildung 4.19.: REM-Aufnahmen von Defekten, die bei dem galvanischen Abformen der Poren in Polymermembranen auftreten können.

5. Modellierung und simulationsbasierte Optimierung der Vakuumelektronenquelle

In diesem Kapitel wird auf die Modellierung einer Vakuumelektronenquelle mit metallischen Nanokonen eingegangen, was neben der experimentellen Untersuchung einen substantiellen Bestandteil der Optimierung darstellt.

Im Wesentlichen stehen drei verschiedene Möglichkeiten zur Optimierung der Emissionseigenschaften einer Vakuumelektronenquelle, d.h. der Maximierung des Emissionsstromes, zur Verfügung. Zum einen können die Emissionseigenschaften der einzelnen Emittter verbessert werden. Dies zielt auf eine Verbesserung der Form der Emittter ab, was insbesondere einer Verringerung der Spitzenradien und somit einer Erhöhung der Feldverstärkung entspricht. Die Modellierung einzelner Emittter ist, wie in Kapitel 2.3 gezeigt, weit fortgeschritten. Die experimentelle Umsetzung der Ergebnisse dieses Ansatzes ist im Rahmen des vorgestellten Herstellungsverfahrens allerdings limitiert und zudem gilt es stets die Emittter im Gesamtarray zu betrachten. Desweiteren kann die Verteilung der Emittter, beziehungsweise die Emittterdichte ρ , so angepasst werden, dass sich ein Optimum zwischen gegenseitiger Abschattung und Gesamtanzahl an emittierenden Konen einstellt. Dieser Ansatz ist aufgrund der zufälligen Verteilung der Emittter eine Herausforderung, besitzt allerdings hohes Potential. Zusätzlich kann die Geometrie des Extraktionsgitters und der Abstand d_{CE} des Extraktionsgitters zur Kathode optimiert werden. Grundsätzlich muss dabei besonders auf durch die Gittergeometrie erzeugte Feldinhomogenitäten geachtet werden.

Die für diese Arbeit relevanten Optimierungsmöglichkeiten, also die Optimierung der Emittterverteilung und des Abstandes zum Extraktionsgitter, werden separat voneinander betrachtet, um so die Optimierung handhabbar zu machen. Ein besonderes Augenmerk wird auf die Optimierung der Emittterdichte gelegt, da in diesem Bereich zum aktuellen Zeitpunkt kaum Modelle zur Verfügung stehen. Für diesen Zweck wird ausführlich ein Modell basierend auf Simulationen mit Finite-Elemente-Methoden (FEM) zur Beschreibung der Emissionseigenschaften von LAFE mit zufällig angeordneten, konischen Feldemittern vorgestellt. Dieses Modell ist aber ohne weiteres auch auf LAFE mit zufällig verteilten Emittern anderer Geometrien anwendbar. Anschließend werden die Einflüsse der Geometrie und des Abstandes des Extraktionsgitters auf die Emission betrachtet. Daraus wird eine optimierte Gittergeometrie und -anordnung abgeleitet.

5.1. Optimierung der Emittterdichte

Wie bereits in Kapitel 2.2 diskutiert, stellt die Vorhersage des Gesamtmissionsstromes von Feldemittern, insbesondere LAFE, eine Herausforderung dar. In den meisten Untersuchungen werden mithilfe von Modellen und Simulationen lediglich einzelne Emittter elektrostatisch beschrieben [48, 50–52]. Erst in den letzten Jahren ist die Theorie zur Beschreibung von LAFE fortgeschritten. Zunächst wird in Kapitel 5.1.1 im Vergleich zu dem in Kapitel 2.3 gegebenen, rudimentären Überblick detailliert auf die in der Literatur

zu findenden Modelle für gleichmäßig angeordnete LAFE eingegangen, da diese die Grundlage für die Betrachtung zufällig verteilter LAFE bilden. Dem folgt eine Diskussion bisheriger Modellierungen zufällig verteilter LAFE in Kapitel 5.1.2.

Aufbauend auf diesen Erkenntnissen wird ein auf FEM-Simulationen basierendes Modell zur Beschreibung von zufällig verteilten LAFE mit konischen Feldemittern präsentiert. Dabei spielt die Wahl eines mittleren Abstands zwischen nächstgelegenen Emitttern als eine für das LAFE repräsentative Größe eine besondere Rolle. In den Kapitel 5.1.4 wird die gewählte Simulationsanordnung dargelegt. Anschließend wird in Kapitel 5.1.5 eine auf der Poisson-Punktprozess-Theorie aufbauende Berechnung des mittleren Abstands zwischen nächstgelegenen Emitttern präsentiert, welche die Verwendung der Simulationsergebnisse auch für beliebige Emitterdichten ermöglicht. Im Anschluss werden in Kapitel 5.1.6 die Ergebnisse der Simulationen vorgestellt, welche fünf verschiedene, technologisch interessante Emitterdichten betrachten. Aus diesen Ergebnissen wird in Kapitel 5.1.7 der Verlauf des Gesamtmissionsstromes prognostiziert. Abschließend folgt in Kapitel 5.1.8 eine Diskussion des Modells.

5.1.1. Bestehende Modelle geordneter Feldemitterarrays

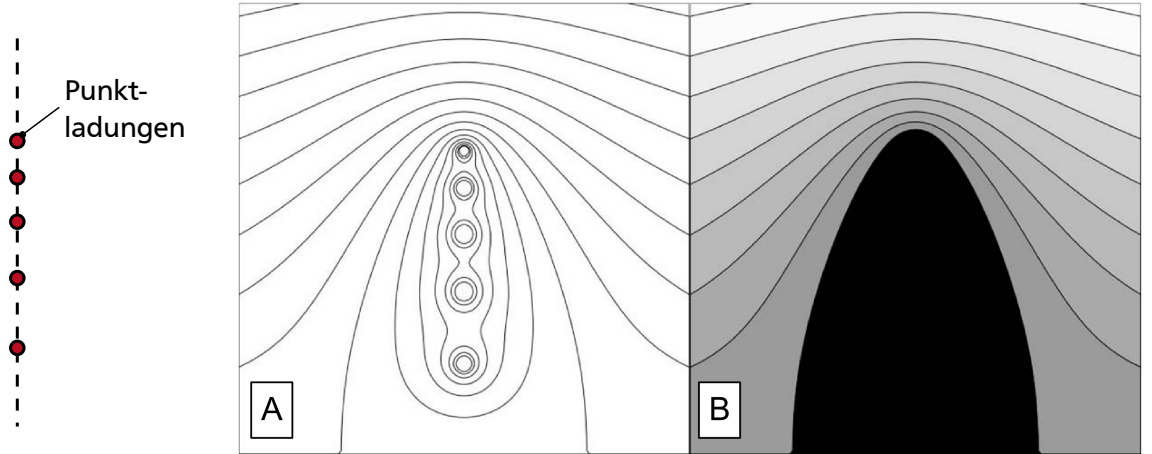
Im Bereich der gleichmäßig angeordneten LAFE wurden in den letzten Jahren eine Reihe von Beiträgen publiziert. An dieser Stelle sei auf die Veröffentlichungen von Harris, Jensen und Shiffler hingewiesen [63, 64]. Nachfolgend wird ein Überblick über deren Vorgehen der Modellierung regelmäßig angeordneter LAFE gegeben.

Wie auch bei Modellierungen einzelner Emitter durchaus üblich, beruht das Modell von Harris et al. auf Linienladungen, engl. „line charge model“ [64, 205]. Dabei wird von einer auf einer Linie platzierten Ladungsverteilung ausgegangen und das durch diese Ladungsverteilung erzeugte Potentialfeld betrachtet. Anschließend wird eine Potentiallinie, welche die Emittergeometrie widerspiegelt, als Nullpotentiallinie ausgewählt und repräsentiert somit die Oberfläche eines einzelnen Emitters. Um dies zu illustrieren, ist in Abbildung 5.1 gezeigt, wie das Potentialfeld von fünf, auf einer Linie angebrachten Punktladungen aussehen kann und dies durch die Wahl der Orte und Werte der Punktladungen die Geometrie eines Feldemitters widerspiegeln kann. Mit einem solchen Linienladungsmodell lässt sich das Potentialfeld V für ein ganzes Emittterarray ableiten, woraus wiederum der Feldverstärkungsfaktor γ des einzelnen Emitters in Abhängigkeit von der Emittteranordnung, beispielsweise als quadratisches oder hexagonales Array, und dem Abstand zwischen den Emitttern abgeleitet werden kann. Harris et al. modellieren den Verlauf des Feldverstärkungsfaktors γ über die bereits in Kapitel 2.3 kurz eingeführte, phänomenologische Funktion

$$\gamma(s) = \gamma_1 \cdot (1 - \exp(a \cdot s^c)), \quad (5.1)$$

welche eine Erweiterung der ursprünglich von Bonard et al. verwendeten Funktion entspricht, siehe Gleichung (2.35). In dieser phänomenologischen Funktion beinhalten die Fitparameter a und c die Abschattung aufgrund des Emittterabstandes und der Emittteranordnung. Die Funktion bewährt sich für spacings, also auf die Emittterhöhe h normierte Emittterabstände d , im Bereich $0,1 \leq s \leq 10$ [63, 64]. Anschließend wird mithilfe dieser Funktion der Emissionsstrom des gesamten Arrays wie folgt modelliert.

Der Feldverstärkungsfaktor γ verknüpft laut der in Gleichung 2.26 gegebenen Definition das durch die Feldverstärkung erzeugte Spitzenfeld E_a an der Emitterspitze mit dem makroskopischen elektrischen Feld E_M . In Kombination mit der FE-Gleichung nach Murphy und Good, siehe Gleichung (2.23), lässt sich die



(a) Positionen der Punktladungen.

(b) Entnommen aus Jensen, 2011, S. 02B101-2, Abb. 2, [206].

Abbildung 5.1.: Veranschaulichung von Linienladungsmodellen am Beispiel einer Ladungsverteilung aus fünf, auf einer Linie angebrachten Punktladungen. (a) Positionen der Punktladungen. (b) Potentialverlauf der Ladungsverteilung bei geschickter Wahl der Ladungswerte. (c) Durch die Ladungsverteilung repräsentierte Emitterform.

maximale Emissionsstromdichte bzw. Spitzenstromdichte an einem einzelnen Emitter mithilfe der lokalen Stromdichte j_L^{MG} und dem makroskopischen Feld E_M gemäß

$$j_a = j_L^{\text{MG}}(E_a) = j_L^{\text{MG}}(\gamma \cdot E_M) \quad (5.2)$$

definieren. Der Emissionsstrom i_1 eines einzelnen Emitters innerhalb des Arrays kann dann über die fiktive Emissionsfläche A_n mit der Spitzenstromdichte über

$$i_1 = A_n \cdot j_a^{\text{MG}}. \quad (5.3)$$

in Verbindung gesetzt werden. Statt der fiktiven Fläche A_n wird auch der sogenannte „Geometriefaktor“ $g(E_a)$ verwendet, welcher je nach Literatur auch „fiktiver Verhältnissfaktor“, engl. „notional ratio factor“, oder auch „fiktive Spitzeneffizienz“, engl. „notional apex efficiency“, heißt [43]. Dieser Faktor bildet sich aus dem Verhältnis von A_n zur Spitzenoberfläche. Im Falle von halbkugelförmigen Spitzen mit einem Radius r_a gilt

$$g(E_a) = \frac{A_n}{2\pi r_a^2} = \frac{i_1}{j_a \cdot 2\pi r_a^2}. \quad (5.4)$$

Der Geometriefaktor bildet somit bei Multiplikation mit der Spitzenoberfläche einen Mittelwert für den Strom über die gesamte Spitze. Er ist dabei sowohl von der Geometrie als auch von der Spitzenfeldstärke E_a abhängig. Der Geometriefaktor ist für manche Geometrien, wie beispielsweise hemisphärische oder hemiellipsoide Emitter, analytisch herleitbar. Für beliebige Geometrien kann laut Jensen in erster Näherung ein linearer Verlauf in Abhängigkeit vom Spitzenfeld E_a angenommen werden [43]. Damit lässt sich auf vereinfachte Weise die Abhängigkeit der fiktiven Emissionsfläche von dem Spitzenfeld bzw. indirekt vom makroskopischen elektrischen Feld modellieren.

Schlussendlich ergibt sich der Gesamtmissionsstrom i_M des Arrays als Produkt aus der Anzahl der Emitter N_E , der Emitterspitzenoberfläche, dem Geometriefaktor und der Spitzenstromdichte gemäß

$$i_M = N_E \cdot 2\pi r_a^2 \cdot g(E_a) \cdot j_L^{\text{MG}}(E_a). \quad (5.5)$$

Es gilt zu beachten, dass das Modell von Harris et al. Randeffekte vernachlässigt. Während Harris et al. gezeigt haben, dass bei geordneten Emittarrays das Emissionsverhalten je nach Arrayanordnung, also dreieckig, quadratisch, etc., in Abhängigkeit von dem Abstand zum nächsten Nachbaremitter beschrieben werden kann, ist dies durch die variierenden Abstände bei zufällig verteilten Emittern schwieriger, da dieser Abstand stark variiert.

Andere Veröffentlichungen beschäftigen sich auch mit weiteren Aspekten des Emissionsverhaltens von regelmäßigen Emittarrays, beispielsweise unter der Annahme, dass die Spitzenradien variieren und zusätzlich eine gewisse Verteilung für den Feldverstärkungsfaktor angenommen werden kann. De Assis hat diesbezüglich beispielsweise Arrays untersucht, bei denen der Feldverstärkungsfaktor normalverteilt ist [207]. So lassen sich unter anderem Fertigungstoleranzen berücksichtigen.

5.1.2. Bestehende Modelle ungeordneter Feldemittarrays

Veröffentlichungen, die sich mit dem Emissionsverhalten von zufällig angeordneten Emittern beschäftigen, sind rar. Die fundamentale Herausforderung ist dabei die notwendigerweise erforderliche Beschreibung der Emissionseigenschaften eines Emitters in Anwesenheit der ihn umgebenden Emitt.

An dieser Stelle seien zum einen die Veröffentlichung von Read und Bowring [66] genannt, welche sich unter Zuhilfenahme von FEM-Simulationen mit der Feldverstärkungsverteilung von zufällig angeordneten, drahtförmigen Feldemittern beschäftigt haben, um die Feldemissionseigenschaften von CNTs zu modellieren. Jedoch werden dabei keine Emissionsströme betrachtet und auch keine Optimierung der Emitterdichte ρ bezüglich des Gesamtemissionsstromes i_M durchgeführt. Zudem wird insgesamt nur 1 Verteilung mit 19 Emitt betrachtet, um eine Aussage über die Verteilung des Feldverstärkungsfaktors zu treffen.

Zum anderen wurde 2018 durch Biswas und Rudra [67] ein ausführliches theoretisches Modell zur Beschreibung von LAFE mit zufällig verteilten Emittern aufgestellt. Dieses beruht ähnlich wie die Modellierungen von Harris et al. auf der Beschreibung von Feldemittern mittels Linienladungen. Das Modell von Biswas und Rudra ist sehr umfangreich und besitzt einen hohen Komplexitätsgrad. Es lässt beliebige Emittergeometrien zu und erlaubt die Bestimmung der optimierten Emitterdichte ρ in Abhängigkeit von dem makroskopischen elektrischen Feld E_M .

Um jedoch auch in der breiten Wissenschaft Anwendung zu finden, ist ein einfacheres Modell zur Bestimmung der optimierten Emitterdichte wünschenswert. Laut Forbes wird bei Linienladungsmodellen zudem die gegenseitige Beeinflussung der Emitt überschätzt. Er geht davon aus, dass mit ansteigender Rechenleistung numerisch Laplace-Gleichung-basierte Techniken das bevorzugte Mittel der Wahl zur Analyse von Emittarrays darstellen [60]. Aus diesem Grund wurde für diese Arbeit eine simulationsbasierte Modellierung zufällig verteilter Emitt ins Auge gefasst.

5.1.3. Entwicklung eines simulationsbasierten Modells ungeordneter Feldemittarrays

Eine große Herausforderung bei der Untersuchung von großflächigen, ungeordneten Emittarrays mittels FEM-Simulationen besteht in der Berücksichtigung kleiner Emittstrukturen in der Anwesenheit von dazu vergleichsweise großen Elektroden. Darum muss das automatisch erstellte Simulationsgitter lokal angepasst und höher aufgelöst werden. Für genaue, statistisch relevante Ergebnisse ist zudem die Simulation vieler verschiedener Emittverteilungen erforderlich. Dies bringt eine hohe Rechenzeit mit sich.

Ein erster Entwurf eines Modells wurde im Rahmen der Masterarbeit von Christa entwickelt [13]. Darin wurde mit FEM-Simulationen im Programm CST EM Studio 2018 zunächst der Einfluss eines einzigen Nachbaremitters auf den Feldverstärkungsfaktor und den Emissionsstrom eines Referenzemitters unter Vernachlässigung von weiteren benachbarten Emittoren untersucht. Anschließend wurde aus der Kenntnis über die genaue Verteilung der Abstände zwischen direkt benachbarten Emittoren in einem ungeordneten Array ein Gesamtemissionsstrom vorhergesagt. Es stellte sich aber heraus, dass die Vernachlässigung von Nachbaremittern höherer Ordnung, also den n -nächsten Emittoren mit $n = [2, 3, \dots]$, nur bei sehr geringen Emittordichten, d.h. großen Emittorabständen d im Vergleich zur Emittorhöhe h , gerechtfertigt ist. Die aus diesen Simulationen resultierenden Feldverstärkungsfaktoren fallen bei kleiner werdendem Abstand zwischen den zwei Konen zwar ab, aber dies geschieht nicht so schnell und so stark wie in einem Array. In einem Array haben benachbarte Emittoren höherer Ordnung bei kleiner werdenden Abständen einen zunehmenden Einfluss auf die Feldverstärkung. Darum führt die ursprüngliche Annahme, dass lediglich der nächstgelegene Emittor berücksichtigt werden muss, dazu, dass innerhalb dieses Modells für hohe Emittordichten unrealistisch hohe Emissionsstromdichten vorhergesagt werden, da der Effekt der gegenseitigen Abschattung fundamental unterschätzt wird. Das Resultat ist die Vorhersage einer unrealistisch hohen Emittordichte für eine optimale FE-Kathode. Die Ergebnisse sind im Detail in Anhang A.5 zu finden.

Gleichzeitig wurde in der Masterarbeit von Christa versucht, Emittorarrays ebenfalls mittels FEM zu simulieren, deren Grundfläche und Emittorgesamtzahl sich an realistischen LAFE orientierten. Die Simulationen scheiterten aber an der großen Anzahl an Emittoren, da es bei der Erstellung des Simulationsgitters zu sogenannten self-intersections kam, also an Überschneidungen von Gitterabschnitten, die an den Grenzen von hochaufgelösten Bereichen an den Emitterspitzen auftraten. Infolgedessen wurden die Simulationen vom verwendeten Programm CST EM Studio 2018 abgebrochen. Dieses Problem konnte auch nicht mit dem Support seitens des Softwareanbieters CST gelöst werden.

Da diese beiden Ansätze keinen Erfolg brachten, wurde nach einer Möglichkeit gesucht, ein Modell mithilfe von FEM-Simulationen mit so vielen Emittoren wie nötig, aber so wenig wie möglich aufzustellen. Basierend auf den Erkenntnissen von Harris et al. wurde ein Ansatz gefunden, welcher in Zusammenarbeit mit Forbes weiter ausgeführt wurde [9]. Dabei sei zunächst auf die Grundannahme hingewiesen, dass der mittlere Abstand \bar{d} zum nächstgelegenen Emittor eine für das ungeordnete LAFE repräsentative Größe darstellt. Während sich bei geordneten LAFE der Emittorabstand d durch die Anordnung der Emittoren eindeutig zuordnen lassen und damit die in Gleichung 5.1 gegebene Funktion für den Feldverstärkungsfaktor verwendet werden kann, ist bei ungeordneten LAFE zunächst eine Definition für den Emittorabstand festzulegen. Aufgrund der mehrfachen Definitionsmöglichkeiten wurde in diesem Fall der mittlere Abstand \bar{d} bzw. das mittlere spacing \bar{s} zum nächstgelegenen Emittor gewählt. Wie es in der Literatur üblich ist, wird ebenfalls das spacing s statt dem absoluten Abstand d verwendet. Dies erlaubt direkte Vergleiche mit den in der Literatur gemachten Angaben.

Der grundlegende Gedanke des Modellierungsansatzes ist den durchschnittlichen Feldverstärkungsfaktor $\bar{\gamma}$ und den durchschnittlichen Emissionsstrom \bar{i} eines Emittors im Array in Abhängigkeit vom mittleren Abstand \bar{d} bzw. vom mittleren spacing \bar{s} zum nächstgelegenen Emittor zu charakterisieren und modellieren. Dazu ist die Kenntnis des mittleren Abstands \bar{d} zum nächstgelegenen Emittor in Abhängigkeit von der Emittordichte ρ essentiell, da für die gefertigten LAFE basierend auf metallischen Nanokonen meist nur die zugrundeliegende Porendichte ρ der Polycarbonatmembran und damit eine voraussichtliche mittlere Emittordichte bekannt ist. Weil der Abstand zum nächsten Emittor bei zufällig verteilten Arrays einer Verteilung unterliegt, wird dieser durch Bildung des Erwartungswertes der Abstandsverteilung bestimmt.

Umgesetzt wird die Modellierung, indem ein Emittor, der sogenannte „Referenzemittor“ im Zentrum eines

kleinen, aber noch hinreichend großen, zufällig verteilten Emitterarrays betrachtet und das elektrostatische Feld dieses Arrays simuliert wird. Dieser Referenzemitter wird in seinen Eigenschaften und seinem Emissionsverhalten als repräsentativ für alle Emitter im Gesamtarray angenommen. Um den Rechenaufwand moderat zu halten, wird die Anzahl N_E der Emitter konstant gehalten, während die Grundfläche A_M des Arrays und so die Emitterdichte variiert wird. Aus Simulationen verschiedener Verteilungen gleicher Emitterdichte können sowohl der mittlere Feldverstärkungsfaktor $\bar{\gamma}_{\text{ref}}$ als auch der mittlere Emissionsstrom \bar{i}_{ref} des Referenzemitters bestimmt werden.

Dieser Modellierungsansatz wird im Folgenden genauer beschrieben.

5.1.4. Festlegung der Simulationsanordnung

Zu Beginn werden die geometrischen Abmessungen des untersuchten Aufbaus festgelegt. Die technische Umsetzung der dreidimensionalen Simulationen geschieht mithilfe von MATLAB® 2018 und CST EM Studio 2018, welches mittels eines Virtual Basic for Applications-Interfaces von MATLAB® 2018 gesteuert wird.

Die aus den Simulationen bestimmten Parameter sind der mittlere Feldverstärkungsfaktor $\bar{\gamma}_{\text{ref}}$ und der mittlere Emissionsstrom \bar{i}_{ref} des Referenzemitters in Abhängigkeit vom mittleren spacing \bar{s} zum nächstgelegenen Emitter. Dafür wird rund um die halbkugelförmige Spitze des Referenzemitters im Abstand von 0,1 nm das elektrische Feld bestimmt und in Form einer Liste von CST EM Studio an MATLAB® 2018 übergeben. Der Emissionsstrom i_{ref} des Referenzemitters in einer Verteilung wird mit Hilfe der FE-Gleichung nach Murphy und Good, siehe Gleichung (2.23), bestimmt, indem jeder Feldstärke auf der Oberfläche eine lokale Emissionsstromdichte j_L zugewiesen wird und anschließend der Strom über die gesamte Halbkugel mittels numerischer Integration kalkuliert wird.

Für die Simulation gilt es zwei Annahmen zu treffen. Erstens muss festgelegt werden, wie viele Emitter in dem Array betrachtet werden, so dass die Abschattung oder gegenseitige Depolarisation hinreichend berücksichtigt wird. Harris et al. haben dies für geordnete Arrays untersucht und festgestellt, dass Nachbarn 5. Ordnung und höher nur noch einen geringen Effekt auf die Änderung des Feldverstärkungsfaktors haben. Dementsprechend wird geschlussfolgert, dass in Analogie zu geordneten Arrays 25 zu betrachtende Emitter eine hinreichende Anzahl N_E bilden.

Außerdem muss der Simulationsraum so gewählt werden, dass die Grenzen und Randbedingungen keinen verfälschenden Einfluss auf die Ergebnisse haben. Dies ist ebenfalls Gegenstand aktueller Forschung und wurde für einzelne Emitter von de Assis und Dall'Agnol untersucht [208]. Sie zeigen, dass der systematische Fehler bei einem Anoden-Kathoden-Abstand d_{CE} von der 5-fachen Emitterhöhe h nur im Bereich von 1% liegt und somit akzeptabel ist, wenn gleichzeitig der Abstand vom Emitter zur nächstliegenden Wand des Simulationsraumes ungefähr der 10-fachen Emitterhöhe h entspricht. Diese Vorgabe wurde berücksichtigt, indem die äußeren Emitter des betrachteten Arrays immer einen Abstand von ca. der 10-fachen Emitterhöhe zur nächstgelegenen Wand des Simulationsraumes haben. Weiterhin sollen die Randbedingungen laut de Assis und Dall'Agnol so gewählt werden, dass das elektrische Feld an den Außenwänden senkrecht zum Normalvektor der Wände bzw. tangential zur Wand liegt. Die Emitter werden wie in Abbildung 5.2 in einer Plattenkondensator-Anordnung bestehend aus zwei ideal-leitenden kreisförmigen Platten platziert. Der Abstand der Anode wurde mit $d_{\text{CE}} = 5 \cdot h$ so gewählt, dass der Einfluss der Gegenelektrode vernachlässigbar ist, wie in Kapitel 2.3 gezeigt.

Es werden fünf Emitterdichten im technologisch interessanten und fertigungstechnisch verfügbaren Bereich simuliert, konkret $1 \cdot 10^4$, $5 \cdot 10^4$, $1 \cdot 10^5$, $5 \cdot 10^5$ und $1 \cdot 10^6$ Emitter/cm². Dabei wird der Referenzemitter

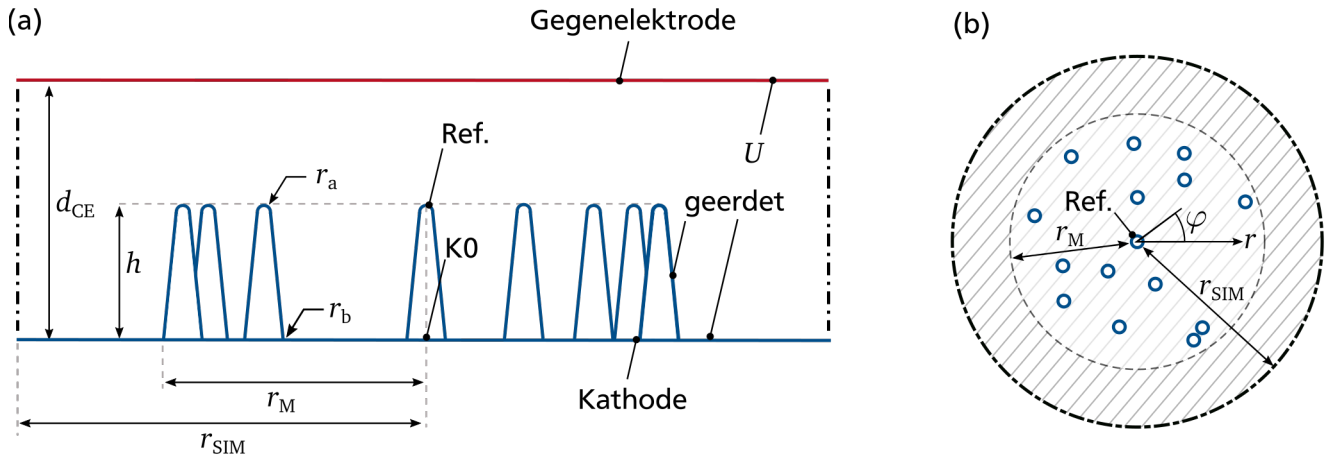


Abbildung 5.2.: Schematische Darstellung des Simulationsraumes im Querschnitt (a) und in Draufsicht (b): Auf einer kreisförmigen Kathode sind innerhalb einer Grundfläche mit dem Radius r_M rund um einen zentral, im Koordinatenursprung (K0) platzierten Referenzemitter (Ref.) weitere Emitterspitzen zufällig verteilt angeordnet. Die konischen Emitterspitzen mit hemisphärischer Spitze haben einen Spitzradius r_a , einen Basisradius r_b und eine Höhe h . Sowohl die Kathode als auch die Emitterspitzen befinden sich auf Erdpotential, wohingegen an der Gegenelektrode, welche sich im Abstand d_{CE} befindet, die Spannung U anliegt. Um Randeffekte durch den endlichen Simulationsraum zu vermeiden, sind die Wände des zylindrischen Simulationsraumes in einem Radius $r_{SIM} > r_M$. Das elektrische Feld steht an den Rändern tangential zu den Wänden des Simulationsraumes.

stets im Koordinatenursprung positioniert, welcher sich auf der Rotationsachse des zylindrischen Simulationsraumes auf der Kathodenoberfläche befindet, siehe Abbildung 5.2, und die restlichen 24 der 25 Konen zufällig auf der durch die Kathodenoberfläche gegebene Ebene verteilt. Dafür wird der in MATLAB® 2018 implementierte Zufallsgenerator verwendet, der gleichverteilte Zahlen p_i zwischen 0 und 1 liefert.

Mithilfe einer Transformation lassen sich aus zwei Zufallszahlen $p_{i,1}$ und $p_{i,2}$ homogen in der Ebene zufällig verteilte Koordinaten in Polarkoordinaten (r_i, φ_i) erzeugen [209]. Dafür gilt

$$r_i = \sqrt{p_{i,1}} \cdot r_M \quad (5.6)$$

$$\varphi_i = 2\pi \cdot p_{i,2}. \quad (5.7)$$

Der Radius r_M charakterisiert die Grundfläche A_M des Arrays, bzw. „footprint“, welche über den Zusammenhang $A_M = \frac{25}{\rho} = \pi \cdot r_M^2$ gegeben ist.

Je Emittendichte werden jeweils mindestens 14 zufällige Verteilungen simuliert und analysiert. In Abbildung 5.3 (a) ist eine beispielhafte Anordnung mit einer Emittendichte von $1 \cdot 10^6$ Emitterspitzen/cm² dargestellt. Basierend auf den Werten aus den genannten Simulationskonfigurationen soll das Verhalten für beliebige Emittendichten modelliert werden.

Alle anderen Parameter der Konen, wie der Basisdurchmesser, die Höhe der Emitterspitzen oder die angelegte Spannung, basieren auf experimentellen Daten oder den Ergebnissen aus vorangegangenen Messungen [5]. Zudem werden über eine Konvergenzanalyse die festzulegenden Simulationsgitterparameter in der Nähe der Spitze bestimmt. In Abbildung 5.3 (b) und (c) ist beispielhaft das mit den gewählten Auflösungen erzeugte Simulationsgitter im Raum um die Spitze (Maschenweite maximal 3 nm) bzw. auf der Oberfläche der halbkugelförmigen Spitze (Maschenweite maximal 1 nm) zu sehen. In Tabelle 5.1 sind die gewählten Geometrieparameter für die FEM-Simulation aufgeführt.

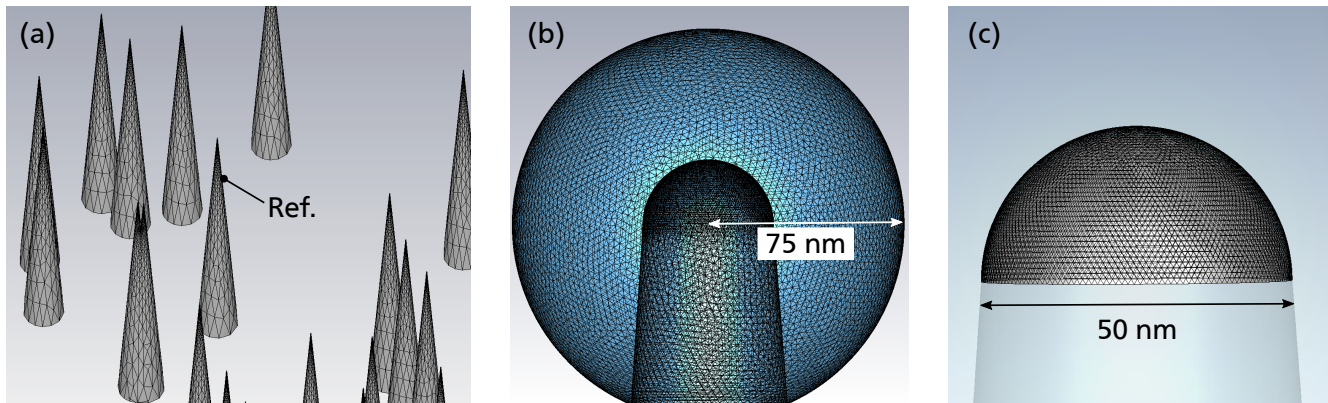


Abbildung 5.3.: Aufnahmen der beispielhaften FEM-Simulationsgitter in CST EM Studio 2018 für (a) die konusförmigen Körper der Emitter im Array, (b) dem hocho aufgelösten Bereich rund um die Emitterspitze und (c) der halbkugelförmigen Spitzenoberfläche. (a) In dem gezeigten Beispiel liegt eine Emittendichte von $1 \cdot 10^6$ Emitter/cm⁻² vor. Für jede der 5 simulierten Emittendichten wurden mindestens 14 verschiedene Emitterverteilungen simuliert und analysiert. Dabei wurde insbesondere das elektrostatische Feld an dem in der Arraymitte platzierten Referenzemitter (Ref.) untersucht. (b) Um self-intersections der Simulationsgitter von konischem Emitterkörper und hemisphärischer Spitze und dem damit einhergehenden Abbruch der Simulationen zu vermeiden, wurde der Simulationsraum rund um die Emitterspitzen in einem Radius des dreifachen Spitzenradius $r = 3 \cdot r_a = 75$ nm besonders verfeinert. (c) Detaillierte Ansicht des Simulationsgitters an der Emitterspitzenoberfläche mit einem Spitzenradius $r_a = 25$ nm. Das elektrostatische Feld wird rund um die Emitterspitze in einem Abstand von 0,1 nm erfasst.

Tabelle 5.1.: Werte der Parameter für die auf FEM-Simulationen basierende Modellierung von LAFE aus zufällig verteilten konischen Emittlern mit hemisphärischer Spitze.

Geometrieparameter	Variable	Wert
Angelegte Spannung	U	800 V, 1000 V
Array-Grundfläche	A_M	N_E/ρ
Basisradius	r_b	1,75 μm
Elektrodenabstand	d_{CE}	120,0 μm
Emitteranzahl	N_E	25
Emittendichten	ρ	$1 \cdot 10^4, 5 \cdot 10^4, 1 \cdot 10^5, 5 \cdot 10^5$ und $1 \cdot 10^6$ Emitter/cm ²
Emitterhöhe	h	24,0 μm
Grundflächenradius	r_M	$(A_M/\pi)^{\frac{1}{2}}$
Mittlerer Emitterabstand	\bar{d}	abhängig von ρ
Mittleres „spacing“	\bar{s}	\bar{d}/h
Simulationsraumradius	r_{SIM}	500 μm
Spitzenradius	r_a	25,0 nm

Der Spitzenradius der konischen Emitter ist für die FEM-Simulationen überaus relevant, aber aus optischen Messungen bisher hergestellter Nanokonien unbekannt. REM-Bilder der bisher gefertigten Konen geben zwar Anhaltspunkte dafür, dass die Spitzenradien unter 150 nm liegen [5]. Aufgrund der granularen Struktur des galvanisch abgeschiedenen Golds ist aber davon auszugehen, dass die für die Emission relevanten Strukturen deutlich kleiner als 300 nm sind. Darum wurden die Emissionen von Einzelkonen

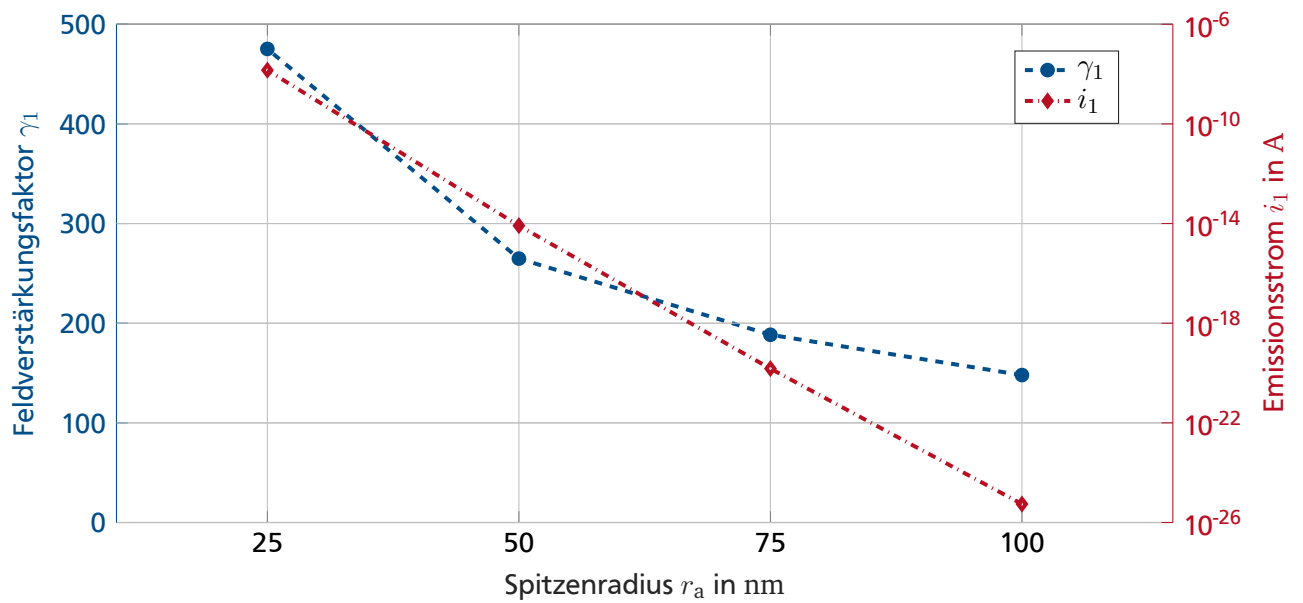


Abbildung 5.4.: Simulationsergebnisse für den Feldverstärkungsfaktor γ_1 und den Emissionsstrom i_1 eines konischen Referenzemitters mit hemisphärischer Spitze bei variierendem Spitzenradius r_a . Die Simulationsumgebung entspricht dem in Abbildung 5.2 gezeigten Aufbau jedoch ohne weitere benachbarte Emmitter. Die sonstigen Geometrieparameter entsprechen den in der Tabelle 5.1 aufgeführten Werten. Es wurde eine Spannung von 1000 V ($E_M \approx 8,33 \text{ V}/\mu\text{m}$) zwischen Kathode und Gegenelektrode verwendet, um die Ströme i_1 zu bestimmen.

mit verschiedenen Spitzenradien simuliert.

In Abbildung 5.4 sind der Feldverstärkungsfaktor und der Emissionsstrom von konischen Emitttern mit verschiedenen Spitzenradien gezeigt. Aufgrund dieser Ergebnisse lässt sich folgern, dass die für die Feldemission verantwortlichen Strukturen an den Konenspitzen Radien im Bereich von 25 nm haben müssen, da sonst die Emissionsströme viele Größenordnungen zu klein wären. Bereits bei einem Spitzenradius von 50 nm und einer angelegten Spannung von 1000 V ergeben sich unrealistisch geringe Emissionsströme im Bereich von Femtoampere pro Emmitter, wohingegen Mikroampere-Ströme zu erwarten sind. Im Folgenden wird deswegen ein Spitzenradius von 25 nm für alle Kone beibehalten.

5.1.5. Bestimmung des mittleren Abstands mittels Poisson-Punktprozess-Theorie

Um die Fitfunktion von Harris et al. anwenden und anschließend eine Verbindung zwischen Theorie und Praxis herstellen zu können, ist eine Umrechnung vom spacing \bar{s} in die Emmitterdichte ρ und vice versa notwendig. Dafür kann beispielsweise die Theorie räumlicher Punktprozesse, engl. „spatial point processes“ verwendet werden, welche die Beschreibung flächig oder räumlich zufälliger Verteilungen behandelt. Diese findet in verschiedensten Gebieten Anwendung, wie beispielsweise der Beschreibung der Anordnung von Atomen, biologischer Zellen oder Poren in Membranen und porösen Stoffen [210].

Ein Teilgebiet der Theorie räumlicher Punktprozesse bildet die Poisson-Punktprozess-Theorie (PPPT). Diese beschreibt Verteilungen homogen zufällig angeordneter Objekte im Raum oder auf einer Fläche und ist damit auch zur Beschreibung der Emmitterverteilung auf der Kathode geeignet. Dabei werden jedoch Randeffekte vernachlässigt.

Zunächst soll die Wahrscheinlichkeitsdichtefunktion $f_{d_{\text{NN}}}$ der Abstände nächstgelegener Emittter bestimmt werden. Die Wahrscheinlichkeit P , insgesamt k weitere Emittter innerhalb einer kreisförmigen Fläche $A = \pi r^2$ rund um den Referenzemitter auf einer Elektrode mit einer Emittterdichte ρ anzutreffen, ist laut PPPT gleich [210]

$$P(k) = \frac{(\rho \cdot |A|)^k}{k!} \cdot e^{-\rho|A|}. \quad (5.8)$$

Damit gilt, dass die Wahrscheinlichkeit, keinen weiteren Emitter ($k = 0$) in dieser Fläche A anzutreffen, gegeben ist durch

$$P(k = 0) = e^{-\rho|A|} = e^{-\rho\pi r^2}. \quad (5.9)$$

Dies beschreibt somit die Wahrscheinlichkeit $P(d_{\text{NN}} > r)$, dass der Abstand zum nächsten Nachbarn d_{NN} größer ist als der Radius r der betrachteten Fläche um den Emittter. Folglich ist die Wahrscheinlichkeit $P(d_{\text{NN}} \leq r)$, dass sich nur der nächste Nachbar innerhalb der Fläche befindet, gleich

$$P(d_{\text{NN}} \leq r) = 1 - e^{-\rho\pi r^2}. \quad (5.10)$$

Gleichung 5.10 lässt sich als kumulative Verteilungsfunktion $F_{d_{\text{NN}}}(r)$ interpretieren. Die Wahrscheinlichkeitsdichtefunktion $f_{d_{\text{NN}}}(d, \rho)$, den nächsten Nachbarn im Abstand d anzutreffen, ergibt sich aus der Ableitung der kumulativen Verteilungsfunktion und $r = d$. So folgt

$$f_{d_{\text{NN}}}(d, \rho) = \frac{dF_{d_{\text{NN}}}(d, \rho)}{dd} = 2\pi\rho \cdot d \cdot e^{-\rho\pi d^2}. \quad (5.11)$$

Durch Integration über das Produkt aus Wahrscheinlichkeitsdichtefunktion $f_{d_{\text{NN}}}(d, \rho)$ und d lässt sich daraus der durch die PPPT ermittelte Erwartungswert s_{mean} für das mittlere spacing bestimmen mittels

$$s_{\text{mean}} = \frac{1}{h} \cdot \int_0^\infty d \cdot f_{d_{\text{NN}}}(\rho, d) dd \quad (5.12)$$

$$= \frac{1}{2 \cdot h \cdot \sqrt{\rho}} \quad (5.13)$$

bestimmen. Die Division durch die Emittterhöhe h ergibt sich aus der Definition des spacings.

In Abbildung 5.5 ist der Verlauf des Erwartungswerts s_{mean} gemäß PPPT in Abhängigkeit von der Emittterdichte ρ dargestellt. Im Vergleich sind die aus den Simulationen erhaltenen Mittelwerte des spacings \bar{s} zum nächsten Nachbarn des Referenzemitters für die fünf betrachteten Emittterdichten aufgetragen. Es ist zu erkennen, dass die Mittelwerte \bar{s} überwiegend innerhalb der 1σ -Umgebung mit den durch die PPPT ermittelten Erwartungswerten s_{mean} übereinstimmen. Dies zeigt, dass mit der PPPT eine Modellierung des Erwartungswertes gemäß Gleichung (5.13) für \bar{s} und damit eine jeweilige Überführung von der Emittterdichte ρ in ein mittleres spacing \bar{s} und vice versa möglich ist.

Das mittlere spacing \bar{s} ist tatsächlich jedoch sowohl von der Emittterdichte als auch von der Größe des Arrays abhängig. Je nach Größe des Arrays ist die genaue Betrachtung der Emittter am Rand notwendig. In Anhang A.6 ist ein Ansatz zur Bestimmung des exakten mittleren spacings unter Berücksichtigung der Randemittter hinterlegt.

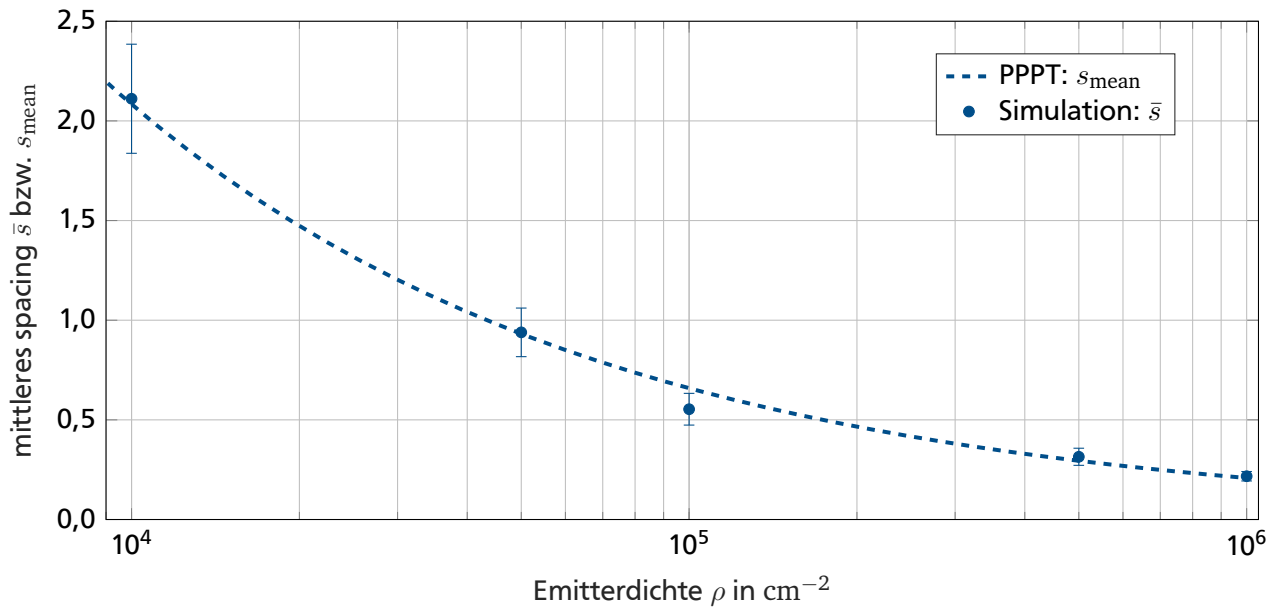


Abbildung 5.5.: Vergleich der Modellierung des mittleren spacings s_{mean} durch die PPPT und den aus den Simulationen gewonnen Mittelwerten des spacings \bar{s} zum nächsten Emittter vom Referenzemittter. Die Fehlerbalken entsprechen den Unsicherheiten des jeweiligen Mittelwertes.

5.1.6. Fit des Feldverstärkungsfaktors und des Emissionsstromes

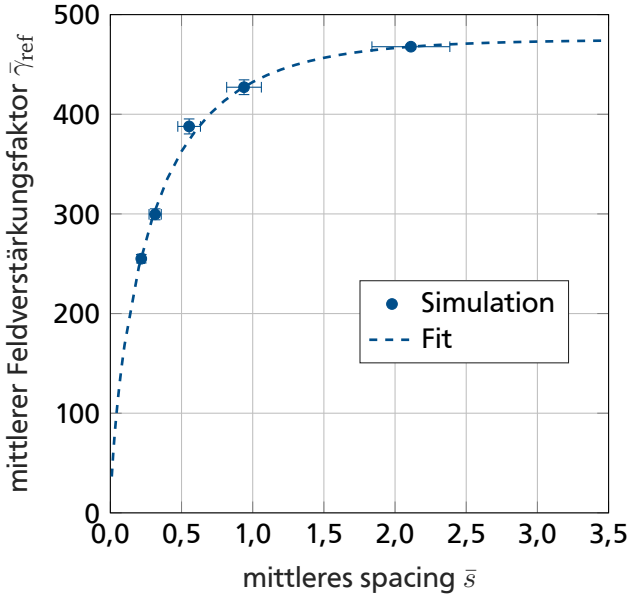
Zu Beginn gilt es für spätere Berechnungen sowohl den Geometriefaktor $g(E_a)$ als auch den Feldverstärkungsfaktor γ_0 eines isoliert betrachteten Emitters vorab zu bestimmen, indem ein einzelner Emittter in der Parallelplattenkonfiguration simuliert wird. Aus einer einzelnen Simulation lässt sich der Feldverstärkungsfaktor γ_0 aus dem Quotienten von makroskopisch zwischen Kathode und Anode angelegten Feld E_M sowie dem Maximalwert des elektrischen Spitzenfeldes E_a bestimmen. Unter der Annahme eines linearen Verlaufs für den Geometriefaktor in Abhängigkeit vom Spitzenfeld E_a lässt sich dieser durch die Simulation zweier verschiedener makroskopischer Feldstärken bestimmen. In diesem Falle wurden, genauso wie später bei den Arraysimulationen, die Spannung 800 V und 1000 V verwendet. Mit der gegebenen Emitttergeometrie ergibt sich ein Feldverstärkungsfaktor γ_0 von 475,9 und ein (linear genäherter) Geometriefaktor gemäß

$$g(E_a) = 0,065 \frac{\text{nm}}{\text{V}} \cdot E_a. \quad (5.14)$$

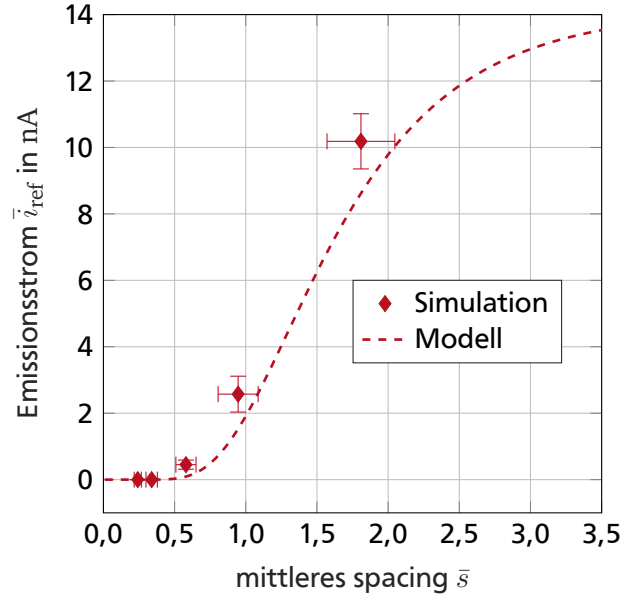
Aus den Simulationen der verschiedenen Emittterdichten und jeweiliger Verteilungen lassen sich der mittlere Feldverstärkungsfaktor $\bar{\gamma}_{\text{ref}}$ und der mittlere Emissionsstrom \bar{i}_{ref} des Referenzemitters in Abhängigkeit vom mittleren Abstand zum nächstgelegenen Emittter bestimmen. Um das Verhalten des Feldverstärkungsfaktors $\bar{\gamma}_{\text{ref}}$ auch für unbekannte Werte vorherzusagen, wird die von Harris et al. verwendete, in Gleichung (5.1) gegebene Fitfunktion adaptiert. Statt aber das für geordnete Arrays genau festgelegte spacing s zu benutzen, wird der mittlere Feldverstärkungsfaktor $\bar{\gamma}_{\text{ref}}$ in Abhängigkeit vom mittleren spacing \bar{s} zum nächstgelegenen Emittter ermittelt. Die zugrundeliegende Fitfunktion lautet

$$\bar{\gamma}_{\text{ref}}(\bar{s}) = \gamma_0 \cdot (1 - \exp(a \cdot \bar{s}^c)). \quad (5.15)$$

Unter Verwendung der Software MATLAB® 2018 ist die Bestimmung der Fitparameter a und c auf verschiedene Weise möglich.



(a) Simulationsergebnisse und Fit für den mittleren Feldverstärkungsfaktor des Referenzemitters $\bar{\gamma}_{ref}(\bar{s})$ in Abhängigkeit vom mittleren spacing \bar{s} zum nächsten Emitter. Die Fitfunktion ist in Gleichung (5.15) gegeben.



(b) Simulationsergebnisse und modellierter Verlauf für den mittleren Emissionsstrom des Referenzemitters \bar{i}_{ref} in Abhängigkeit vom mittleren spacing \bar{s} zum nächsten Emitter bei einer Spannung von 1000 V. Die Fitfunktion ist in Gleichung (5.21) gegeben.

Abbildung 5.6.: Ergebnisse der FEM-Simulationen mit variablem mittleren spacing \bar{s} und modellierte Verläufe für den mittleren Feldverstärkungsfaktor $\bar{\gamma}_{ref}(\bar{s})$ und den mittleren Emissionsstrom \bar{i}_{ref} des Referenzemitters. Die gezeigten Fehlerbalken entsprechen den Unsicherheiten der Mittelwerte. Die Simulationsparameter sind in Tabelle 5.1 zu finden.

Im Rahmen der Zusammenarbeit mit Forbes wurde eine Bestimmung von a und c basierend auf der Umstellung von Gleichung (5.15) in eine lineare Form und die anschließende Durchführung einer linearen Regression vorgeschlagen. Die Umformung in eine lineare Form wird mithilfe des Parameters η durchgeführt, der definiert ist über

$$\eta(\bar{s}) := \frac{\gamma_0 - \bar{\gamma}_{ref}(\bar{s})}{\gamma_0} = \exp(a \cdot \bar{s}^c). \quad (5.16)$$

Dies ergibt

$$\ln(\eta) = a \cdot \bar{s}^c \quad (5.17)$$

$$\Leftrightarrow \ln(-\ln(\eta)) = \ln(-a) + c \cdot \ln(\bar{s}). \quad (5.18)$$

Mittels linearer Regression können die beiden Parameter a und c als Ordinatenabschnitt und Steigung bestimmt werden, indem $y = \ln(-\ln(\eta))$ gegen $x = \ln(\bar{s})$ aufgetragen wird. Die Vorgehensweise ist im Detail in [9] beschrieben. Für die Emitter mit der in Abschnitt 5.1.4 gegebenen Geometrie resultieren

$$a = (-2,41 \pm 0,07), \quad (5.19)$$

$$c = (0,74 \pm 0,03). \quad (5.20)$$

In Abbildung 5.6 (a) ist der Verlauf der Fitfunktion für den mittleren Feldverstärkungsfaktor γ_{ref} in Abhängigkeit vom mittleren spacing \bar{s} mit den aus den Simulationen erhaltenen Werten dargestellt.

Mit dem mittleren Feldverstärkungsfaktor $\bar{\gamma}_{\text{ref}}(\bar{s})$ und dem Geometriefaktor $g(E_a)$ lässt sich anschließend der mittlere Emissionsstrom $\bar{i}_{\text{ref}}(\bar{s})$ berechnen. Dabei ist gemäß den Gleichungen (5.2) und (5.4)

$$\bar{i}_{\text{ref}}(\bar{s}, E_M) = 2\pi r_a^2 \cdot j_a(\bar{\gamma}_{\text{ref}} \cdot E_M) \cdot g(\bar{\gamma}_{\text{ref}} \cdot E_M). \quad (5.21)$$

Der sich so ergebende Verlauf ist in Abbildung 5.6 (b) gezeigt.

5.1.7. Berechnung der makroskopischen Emissionstromdichte

Die makroskopische Gesamtemissionsstromdichte j_M folgt aus dem Produkt der Emitterdichte ρ mit dem aus Gleichung (5.21) bekannten, mittleren Emissionsstrom \bar{i}_{ref}

$$j_M(\bar{s}, E_M) = \rho \cdot \bar{i}_{\text{ref}}(\bar{s}, E_M). \quad (5.22)$$

Der Verlauf der makroskopischen Gesamtemissionsstromdichte $j_M(\bar{s}, E_M)$ in Abhängigkeit von dem mittleren spacing \bar{s} ist in Abbildung 5.7 (a) für den Fall einer angelegten Spannung u_M von 1000 V und damit einem Feld von $E_M \approx 8,33 \text{ V}/\mu\text{m}$ dargestellt.

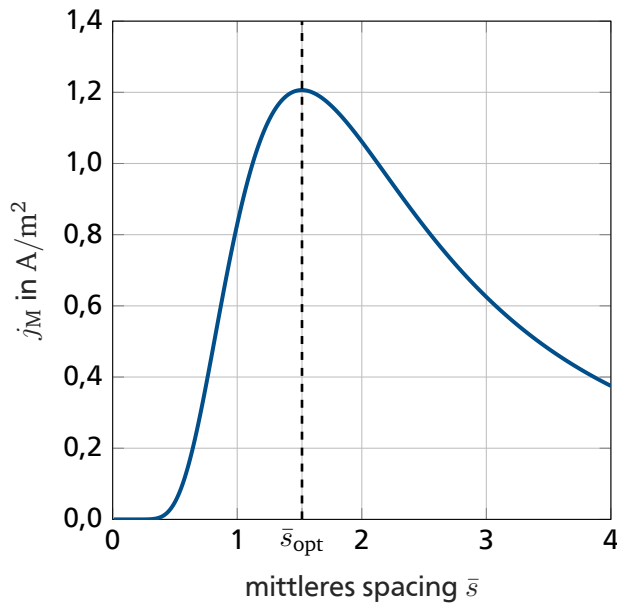
Das Maximum der Emissionsstromdichte j_M zeigt die optimale Emitterdichte ρ_{opt} an. Die optimale Emitterdichte ρ_{opt} bzw. das optimale spacing \bar{s}_{opt} ist allerdings von dem makroskopisch angelegten elektrischen Feld E_M abhängig. So verschiebt sich \bar{s}_{opt} mit steigendem angelegtem elektrischen Feld zu kleineren Werten, wie in Abbildung 5.7 (b) gezeigt wird.

In dem hier gezeigten Fall ergeben sich optimierte spacings \bar{s}_{opt} in einem Bereich von 1,0 bis 2,0, folglich optimierte Emitterdichten ρ_{opt} in einem Bereich von $1,2 \cdot 10^4$ bis $1,9 \cdot 10^4$ Emitter/ cm^2 . Um diese korrekt umzusetzen, sind eventuelle Fehlstellen mit einzuplanen.

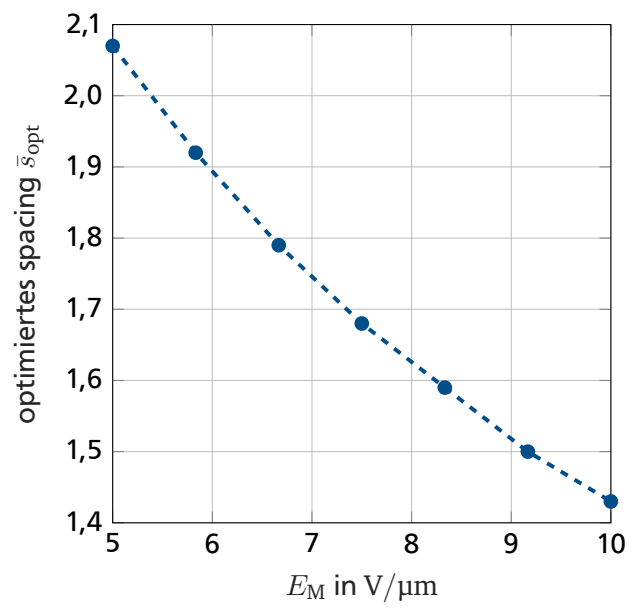
5.1.8. Diskussion des FEM-Modells für zufällig verteilte Emitterarrays

Im Vergleich zu den Resultaten des Modells basierend auf Linienladungsdichten von Biswas und Rudra [67] erzielt das hier vorgestellte auf FEM-Simulationen basierende Modells ähnliche Ergebnisse, so dass die Resultate qualitativ korrekt erscheinen. Jedoch gibt es bei dem FEM-Modell einige bisher unzureichend erforschte Einflüsse auf die Depolarisation des Referenzemitters, die bei der weiteren Verwendung und Weiterentwicklung des FEM-Modells unbedingt zu beachten sind.

Entgegen der auf der Publikation von Harris et al. [64] aufgestellten, ursprünglichen Annahme, dass benachbarte Emitter lediglich bis zur fünften Ordnung betrachtet werden müssen, zeigt ein neustes Paper, dass auch die Abschattung von Emitttern höherer Ordnung einen starken Einfluss haben. Rudra und Biswas veröffentlichten 2019 eine Studie, in welcher sie untersuchten, wie viele benachbarte Emitter in einem quadratisch angeordneten, mit Linienladungen modellierten Array zu berücksichtigen sind [211]. Laut dieser Veröffentlichung müssen, um die Konvergenz des Feldverstärkungsfaktors γ_{ref} des Referenzemitters in einer Verteilung zu erreichen, Grundflächen mit einem Radius $r_M \geq 60 \cdot h$ angenommen werden. Zum Vergleich, in dem präsentierten Modell wurden Arrays mit Grundflächenradien zwischen $r_M \approx 11,750 \cdot h$ für $\rho = 1 \cdot 10^4$ Emitter/ cm^2 und $r_M \approx 1,175 \cdot h$ für $\rho = 1 \cdot 10^6$ Emitter/ cm^2 simuliert. Die Ergebnisse von Rudra und Biswas basierend auf einem Linienladungsmodell lassen sich zwar nicht direkt auf FEM-basierte Simulationen übertragen, können aber ein Indiz dafür sein, dass für eine Konvergenz des Feldverstärkungsfaktors eine deutlich höhere Anzahl an benachbarten Emitttern in Betracht gezogen



(a) Modell für die makroskopische Stromdichte j_M in Abhängigkeit vom mittleren spacing \bar{s} bei einer makroskopischen Spannung u_M von 1000 V ($E_M \approx 8,33 \text{ V}/\mu\text{m}$).



(b) Abhängigkeit des optimierten spacings \bar{s}_{opt} von dem angelegten elektrischen Feld E_M .

Abbildung 5.7.: Modell für die makroskopische Gesamtemissionsstromdichte $j_M(E_M)$ und das optimale spacing \bar{s}_{opt} . Das Maximum der makroskopische Gesamtemissionsstromdichte $j_M(E_M)$ kennzeichnet das optimale spacing \bar{s}_{opt} , siehe (a). Da die Lage des Maximums feldabhängig ist, kommt es bei einer Erhöhung des angelegten elektrischen Feldes E_M zu einer Verschiebung des optimalen spacings \bar{s}_{opt} hin zu kleineren Werten, wie in (b) gezeigt.

werden müssen. Dementsprechend ist mit dem gezeigten Modell wahrscheinlich nur eine erste Näherung des Problems möglich.

Weiterhin ist eine korrekte Wahl des Simulationsraumes ein bisher weitgehend unerforschtes Problem, wie bereits in Kapitel 5.1.4 erwähnt. Bei zu kleiner Wahl des Simulationsraumes haben die an den Wänden des Simulationsraumes vorgegebenen Randbedingungen einen erheblichen Einfluss auf die Feldverteilung innerhalb des Simulationsraumes und können den Feldverstärkungsfaktor verfälschen. Lediglich de Assis und Dall'Agnol haben sich bisher mit einer korrekten Wahl der Simulationsraumgröße bei Einzelemittern beschäftigt [208]. Dieser Aspekt ist hinsichtlich Emitterarrays oder gar LAFE noch unerforscht.

In dem präsentierten Modell werden zudem Randeffekte vernachlässigt. Jedoch haben Feldemitter, die am Rand eines Arrays positioniert sind, aufgrund der geringen Anzahl benachbarter Emitter eine geringere Depolarisation und damit einen größeren Feldverstärkungsfaktor. Das Modell unterschätzt demnach deren Beitrag zum Emissionsstrom. Ein Ansatz dazu wurde bereits verfolgt. In Anhang A.6 ist die Herleitung der exakten Verteilung der Nächste-Nachbar-Abstände für zufällig verteilte Arrays begrenzter Ausdehnung zu finden. Die Emitter am Rand führen zu einer Erhöhung des mittleren spacings \bar{s} , welches das bisher aus der PPPT erhaltene mittlere spacing ersetzen kann. Jedoch wird auch mit diesem erweiterten Ansatz der Gesamtemissionsstrom i_M wahrscheinlich unterschätzt. Gleiches gilt für die Berücksichtigung von sogenannten „hot spots“, also Arealen in denen die Emitterdichte aufgrund der zufälligen Verteilung geringer ist und somit die dort lokalisierten Emitter einen im Vergleich zum Mittel höheren Emissionsstrom aufweisen.

Reale Arrays weisen außerdem aufgrund der Herstellungsprozesse stets Schwankungen in der Geometrie der Emitter, insbesondere der Spitzenradien, auf. Auch diese Variationen werden bisher noch nicht berücksichtigt, obwohl sie laut Untersuchungen einen starken Beitrag zum Gesamtstrom haben [207]. Zudem handelt es sich um ein rein elektrostatisches Modell. Beispielsweise wird thermisches Erwärmen im Betrieb vernachlässigt.

Die Stärke des vorgestellten Modells liegt in der vergleichsweise einfachen Umsetzung, durch die schnell eine optimierte Emittendichte vorhergesagt werden kann. Dies kommt insbesondere Anwendern der Feldemission zugute.

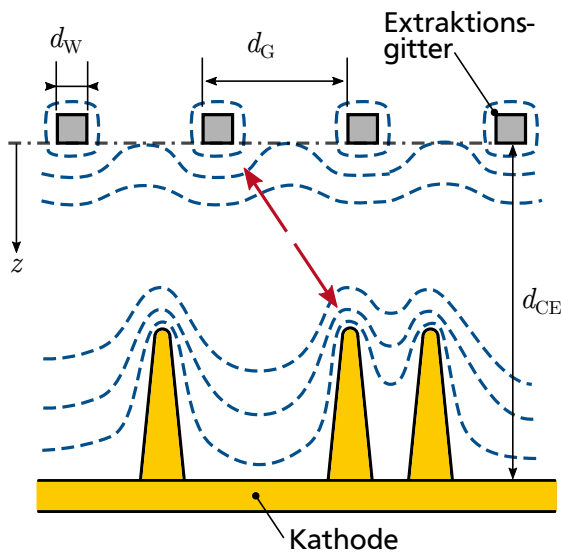
5.2. Optimierung des Extraktionsgitters

Je näher eine Gegenelektrode bzw. ein Extraktionsgitter an einem Feldemitter platziert wird, desto höher ist das elektrische Feld und damit der Emissionsstrom. Dieser Einfluss gilt insbesondere, wenn der Abstand von den Emitterspitzen zur Gegenelektrode kleiner als die Emitterhöhe h wird, wie in Kapitel 2.3 gezeigt. Für eine Vakuumelektronenquelle muss die flächige Gegenelektrode durch ein Extraktionsgitter ausgetauscht werden. Dafür stehen Gitter verschiedenster Geometrien zu Verfügung. Dies beinhaltet unterschiedliche Formen, wie zum Beispiel quadratisch, hexagonal oder auch mit runden oder eckigen Löchern, als auch variablen Gitterdimensionen, also Stegbreiten und Gitterperiodizitäten. Dabei ist jedoch zu beachten, dass das durch ein Extraktionsgitter erzeugte elektrische Feld in der direkten Nähe des Gitters geometriebedingt inhomogen ist und es zudem an den Kanten des Gitters ebenfalls zu Feldüberhöhungen kommen kann. Diese Situation ist in Abbildung 5.8 (a) illustriert. Mit zunehmendem Abstand z senkrecht zum Gitter nehmen die Inhomogenitäten ab, jedoch kann das Feld erst ab einem gewissen Mindestabstand als homogen angesehen werden.

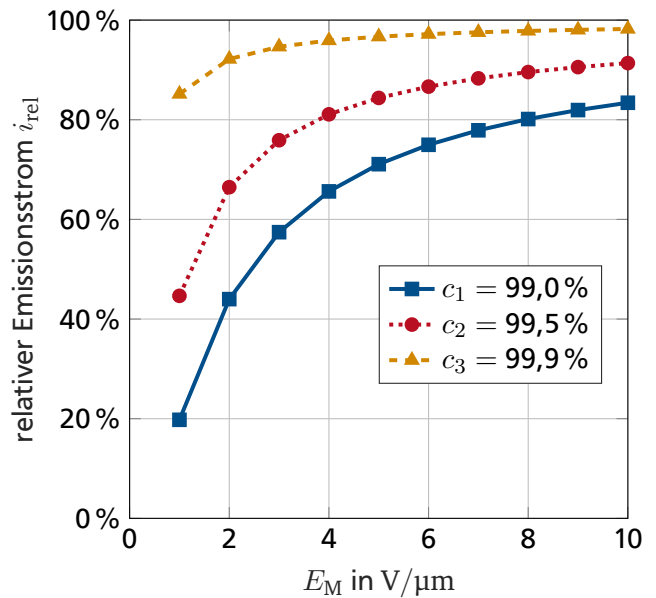
Bei der Verwendung zufällig verteilter LAFE auf der Kathode schwanken die Feldverstärkungsfaktoren der einzelnen Emitter verteilungsbedingt. Wenn das Extraktionsgitter nah an den Emittlern positioniert wird, kann sich das Feld der Emitter mit einer Feldabschwächung durch das inhomogene elektrische Feld des Gitters überlagern. Die Auswirkungen eines inhomogenen Feldes werden an einem Beispiel veranschaulicht. Bei diesem werden die Emissionsströme eines Referenzemitters innerhalb eines zufällig verteilten LAFEs verglichen, bei denen das elektrische Feld am Ort des Referenzemitters durch Inhomogenitäten des Gitters um einen Faktor c_i abgeschwächt ist. Der relative Emissionsstrom \bar{i}_{rel} sei dazu mithilfe von Gleichung (5.21) für ein mittleres spacing $\bar{s} = 1,5$ über

$$i_{\text{rel}} = \frac{\bar{i}_{\text{ref}}(\bar{s}, c_i \cdot E_M)}{\bar{i}_{\text{ref}}(\bar{s}, E_M)} \quad (5.23)$$

definiert. Mit dem relativen Emissionsstrom wird so der Strom mit Feldabschwächung ($c_i \cdot E_M$) durch den Faktor c_i mit dem Strom ohne Feldabschwächung (E_M) in Bezug gesetzt. In Abbildung 5.8 (b) ist der relative Emissionsstrom i_{rel} für drei verschiedene Faktoren c_i aufgetragen. Aufgrund des stark nicht-linearen Zusammenhangs zwischen angelegtem elektrischen Feld und Emissionsstrom bei der Feldemission führen bereits Feldschwankungen in der Größenordnung von 1% zu Unterschieden in den Emissionsströmen von bis zu 80% je nach angelegtem elektrischen Feld. Darum ist bei der Verwendung von zufällig verteilten Emittlern wichtig, die durch ein Extraktionsgitter erzeugten Feldinhomogenitäten soweit wie möglich zu verringern. Außerdem gilt es die Gittergeometrie so anzupassen, dass es nicht zu flächigen Abschattungen von Arealen kommt, so dass möglichst viele Elektronen durch das Gitter extrahiert werden.



(a) Veranschaulichung der Potentialverläufe (blau) in Anwesenheit eines Extraktionsgitters statt einer flächigen Gegenelektrode in einer Seitenansicht.



(b) Abhängigkeit des relativen Emissionsstromes i_{rel} für verschiedene Feldabschwächungen um einen Faktor c_i .

Abbildung 5.8.: Illustration der Auswirkungen von durch das Extraktionsgitter erzeugten Feldinhomogenitäten auf die Feldemission. (a) Durch den für eine Vakuumelektronenquelle notwendigen Einbau eines Extraktionsgitters kann es nicht nur an den Emitterspitzen aufgrund der Feldüberhöhung zu Feldinhomogenitäten kommen, sondern auch an den Kanten des Gitters, wie durch rote Pfeile angedeutet. Es sind die für die Optimierung relevanten Größen der Stegbreite d_W , der Gitterperiodizität d_G und des Elektrodenabstandes d_{CE} eingezeichnet. Die Koordinate z bezeichnet den senkrechten Abstand zum Gitter. (b) Je nach Größe der durch einen Faktor c_i repräsentierten Feldabschwächung variiert der gemäß Gleichung (5.23) definierte, relative Emissionsstrom i_{rel} eines Referenzemitters stark.

Die für die Fertigung einer FE-basierten Vakuumelektronenquelle entscheidende Forschungsfragestellung ist folglich, welcher Abstand und welche Gittergeometrie, d.h. Form und Dimensionen, zu wählen sind, um den Emissionsstrom zu optimieren. Die aufgrund der stochastischen Anordnung der Emitter auftretende lokale Feldverstärkung an den Emitterspitzen wird für die Optimierung des Gitters vernachlässigt. Stattdessen soll die Inhomogenität des elektrischen Feldes in der Nähe des Extraktionsgitters betrachtet werden. Da die Feldverteilung auch stets von den Randbedingungen, wie beispielsweise dem genauen Abstand zur Kathode, abhängt, ist das Ziel dieser Untersuchungen einen Eindruck von den vorliegenden Verhältnissen zu erhalten. Daraus ist eine Art Faustregel für den nachfolgenden Aufbau ableitbar. Die hier erlangten Erkenntnisse beschreiben aber keineswegs völlig allgemein geltende Gesetzmäßigkeiten, sondern sollen nur als Orientierung dienen.

Für die Optimierung werden verschiedene Gitterformen genauer untersucht. Zunächst wird die sogenannte Transparenz eines Gitters zur Bewertung verschiedener Gitterformen herangezogen, um die Auswahl an Gitterformen einzuschränken. Anschließend wird die Wahl der Gitterdimensionen je Gitterform festgelegt. Nachfolgend werden die Gitterformen mithilfe von FEM Simulationen der von ihnen erzeugten Felder untersucht und evaluiert.

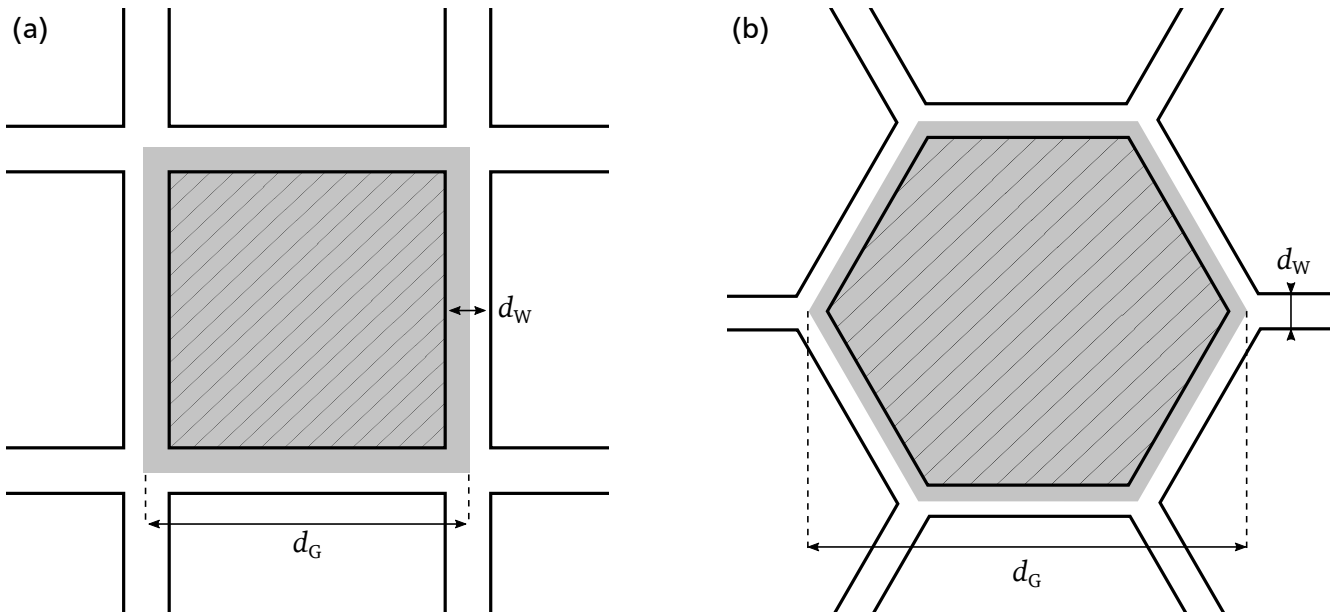


Abbildung 5.9.: Festlegung der Stegbreite und der Gitterperiodizität für quadratische und hexagonale Gitter. Die Größe einer Gitterzelle ist jeweils in grau eingefärbt und die freie Fläche des Gitters durch Schraffur markiert.

Aus dem Wissen über die Dimensionen eines Gitters lässt sich die sogenannte optische Transparenz τ bestimmen. Diese beschreibt das Verhältnis von freier Fläche zur Gesamtfläche einer Gitterzelle. Die optische Transparenz τ gilt als ein Maß für die Transmittivität des Stromes durch ein Extraktionsgitter. Sie beschreibt, wie groß der Anteil des transmittierten Stromes bei Feldemission ist. Es sei darauf hingewiesen, dass Untersuchungen von Li et al. gezeigt haben, dass die optische Transparenz erst ab hinreichend großen angelegten Anodenspannungen mit der elektrischen Transmittivität übereinstimmen [126]. In Abbildung 5.9 sind beispielhaft die zugrundeliegende Definitionen der Gitterkonstanten d_G und der Stegbreite d_W sowohl für ein quadratisches als auch für ein hexagonales Gitter gegeben. Die Gesamtfläche einer Gitterzelle ist in Abbildung 5.9 grau eingefärbt, wohingegen die freie Fläche schraffiert dargestellt ist. Sowohl für quadratische als auch für hexagonale Gitter gilt mit den in Abbildung 5.9 gezeigten Definitionen von d_W und d_G für die Transparenz

$$\tau = \frac{(d_G - d_W)^2}{d_G^2}. \quad (5.24)$$

In Anhang A.7 werden die Transparenzen für weitere Gitterarten berechnet. Im Folgenden werden quadratische und hexagonale Gitter näher untersucht. Hexagonale Gitter mit kreisförmigen oder dreieckigen Löchern werden nicht weiter betrachtet, da diese bei gleicher Gitterkonstante und Stegweite eine niedrigere Transparenz im Vergleich zu quadratischen bzw. hexagonalen Gittern aufweisen und somit für die Anwendung der Feldemission nicht optimal sind.

Die Dimensionen des Gitters haben einen entscheidenden Einfluss auf die Inhomogenität des elektrischen Feldes. Zunächst wird geklärt, wie das elektrische Feld in Abhängigkeit von der Stegbreite des Gitters abhängt. Dazu werden mittels FEM Simulationen das statische elektrische Feld in der Nähe des Gitters unter Annahme einer flächigen Kathode näher betrachtet. Aufgrund der Skalierbarkeit werden alle Geometriegrößen auf die Gitterkonstante d_G , auch Gitterperiodizität genannt, bezogen, siehe Abbildung 5.8 (a). Dies schließt auch den Abstand z zum Gitter und die Stegbreite des Gitters d_W mit ein.

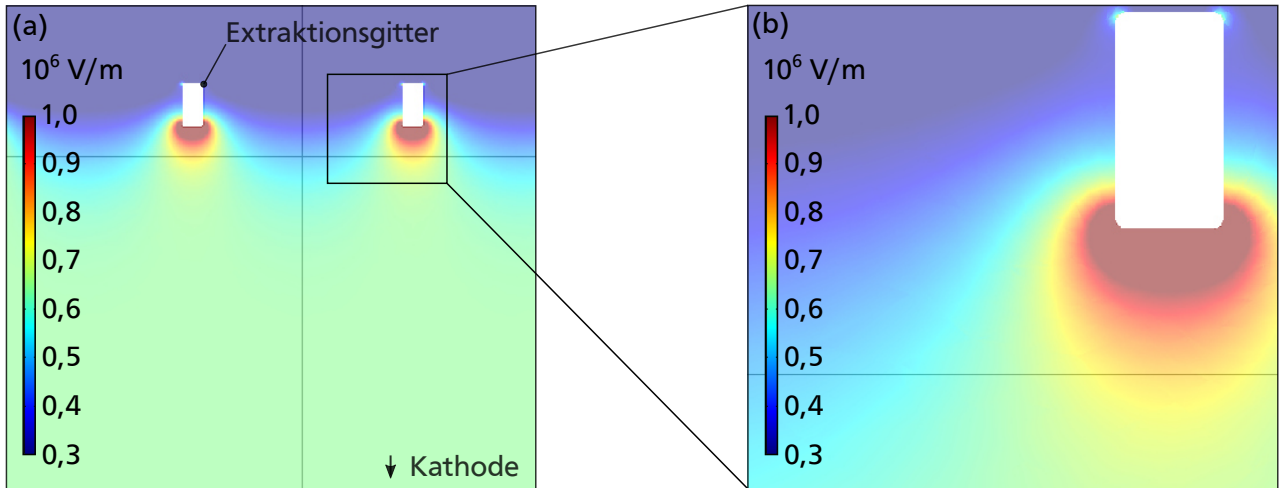


Abbildung 5.10.: Illustration des Potentialverlaufs von Extraktionsgittern und der Untersuchung der Inhomogenitäten ihrer elektrischen Felder in Abhängigkeit vom relativen Abstand z/d_G senkrecht zum Gitter mit FEM-Simulationen. (a) Überblick über den Potentialverlauf im Querschnitt. (b) Detailansicht des Potentialverlaufs in Nähe eines Gittersteges im Querschnitt.

Mithilfe der FEM-Simulationssoftware COMSOL MULTIPHYSICS® 5.5 wurde in Zusammenarbeit mit Konja Wick die in Abbildung 5.8 (a) gezeigte Anordnung ohne Emitter untersucht und der Betrag des elektrischen Feldes den im Abstand z , parallel zum Gitter liegenden Ebene ausgegeben. Die Gitterkonstante d_G beträgt im Folgenden stets $100 \mu\text{m}$. Die an das Gitter angelegte Spannung beträgt 200 V im Bezug zur auf Nullpotential gelegte Kathode. In den Simulationen wurde in der Regel der Abstand $d_{CE} = 3 \cdot d_G$ gesetzt. Um Randeffekte auszuschließen wurde bei einer Gittergesamtgröße von 21 mal 21 Gitterzellen das elektrische Feld nur mittig einem quadratischen Bereich der Kantenlänge $100 \mu\text{m}$ ausgewertet.

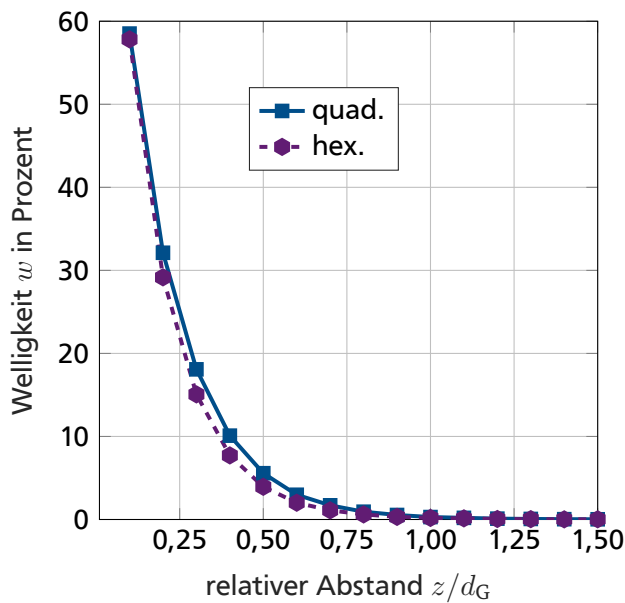
In Abbildung 5.10 ist zur Illustration ein beispielhafter Verlauf des Potentials senkrecht zum Gitter farblich dargestellt. Es sind deutlich Feldverstärkungen rund um die Gitterstege erkennbar. Das elektrische Feld von ungefähr $666 \text{ V}/\mu\text{m}$, d.h. $0,666 \cdot 10^5 \text{ V/m}$, welches bei einer Parallelplattenkonfiguration und somit einem vollständig homogenen Feld zu erwarten wäre, ist hier in hellgrün eingefärbt und wird erst in einem gewissen Abstand z zum Gitter erreicht. Gerade in direkter Nähe zu den Gitterstegen zeigen sich Feldinhomogenitäten, siehe Abbildung 5.10 (b). Die Inhomogenitäten des elektrischen Feldes gilt es für eine Analyse zu quantifizieren und auszuwerten.

Um ein Maß für die Inhomogenitäten des lokalen elektrischen Feldes zu finden, wird auf die aus der Elektrotechnik bekannte Größe der sogenannten Welligkeit bzw. Restwelligkeit zurückgegriffen. In Anlehnung an die in der DIN-Norm 40110 [212] festgelegte Definition der Welligkeit für Mischsignale wird diese in dem gegebenen Fall definiert über

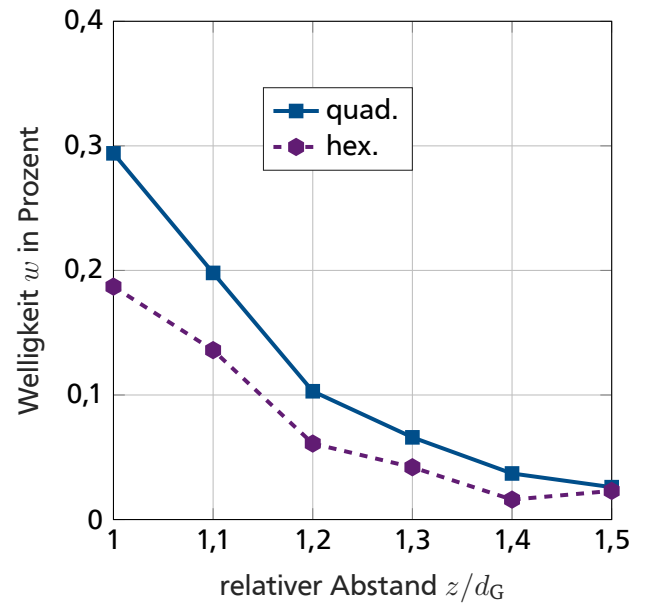
$$w(z) := \frac{|E_{\max}(z) - E_{\min}(z)|}{|E_M|} = \frac{|E_{\max}(z) - E_{\min}(z)|}{|u_M|} \cdot d_{CE}. \quad (5.25)$$

Diese bildet sich folglich aus dem Quotienten aus der Differenz $|E_{\max}(z) - E_{\min}(z)|$ zwischen dem maximalen und dem minimalen elektrischen Feld und dem im Falle eines homogenen Feldes zu erwartenden Wertes E_M im Abstand z zum Gitter. Im Grenzfall entspricht das Gitter einer ebenen Fläche. In diesem Fall liegt ein homogenes Feld vor und die Welligkeit w wäre gleich Null.

Aus Abbildung 5.8 (b) lässt sich für die Gestaltung des Gitters als Kriterium folgern, dass die Welligkeit des elektrischen Feldes auf Höhe der Emitterspitzen idealerweise auf einen Wert von unter $0,1 \%$, mindestens



(a) Vergleich der Welligkeiten im Wertebereich $0 \leq z/d_G \leq 1,5$.



(b) Vergleich der Welligkeiten im Wertebereich $1,0 \leq z/d_G \leq 1,5$.

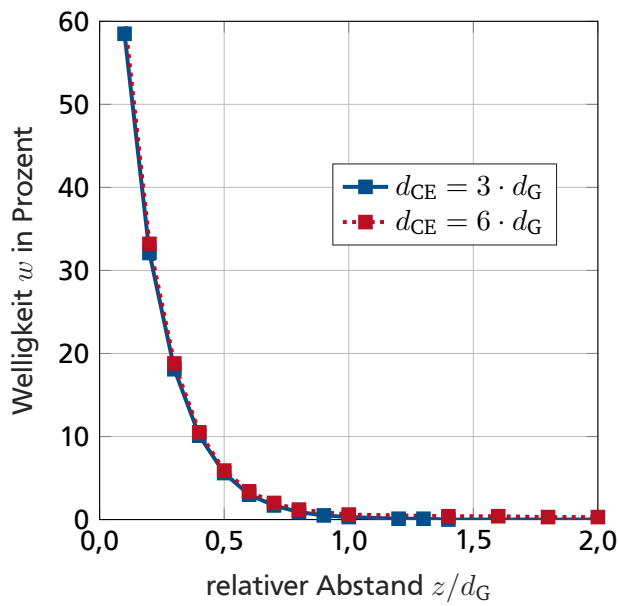
Abbildung 5.11.: Vergleich der Welligkeit w des elektrischen Feldes eines quadratischen und eines hexagonalen Gitters in Abhängigkeit vom relativen Abstand z/d_G bei gleicher Transparenz. Die Stegbreite beträgt in beiden Fällen $d_W = 10 \mu\text{m}$ und die Gitterperiodizität $d_G = 100 \mu\text{m}$, gemäß der in Abbildung 5.9 gezeigten Festlegung dieser Größen. (b) Vergrößerte Ansicht des Bereiches von 1,0 bis 1,5 des relativen Abstandes z/d_G , in welchem das Kriterium $w \leq 0,1\%$ erreicht wird.

aber unter 1 %, fallen muss, damit die durch die Feldinhomogenitäten erzeugten Stromunterschiede tolerierbar sind.

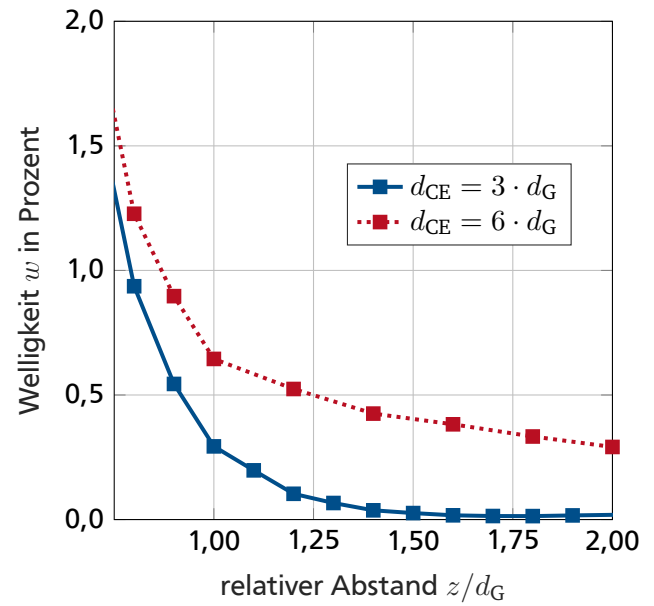
Zunächst werden die Welligkeiten der Felder von quadratischen Gittern mit denen von hexagonalen Gittern verglichen. Dafür werden Gitter gleicher Transparenz mit der Stegbreite $d_W = 10 \mu\text{m}$ und der Gitterkonstanten $d_G = 100 \mu\text{m}$ untersucht. In Abbildung 5.11 sind die Verläufe der Welligkeit in Abhängigkeit vom relativen Abstand z/d_G senkrecht zum jeweiligen Gitter dargestellt. Es wird daraus deutlich, dass die Welligkeit bei hexagonalen Gittern unterhalb der Welligkeit von quadratischen Gittern liegt. Hexagonale Gitter sind folglich gegenüber quadratischen zu bevorzugen. Dabei sollte aber stets berücksichtigt werden, dass die fertigmachbare Gittergeometrie von dem Herstellungsverfahren abhängig ist. Darum werden die Welligkeiten der quadratischen Gitter in den weiteren Betrachtungen weiter betrachtet, da diese als obere Schranke für die Welligkeiten hexagonaler Gitter angesehen werden können.

Im Folgenden werden die Einflüsse der Gitterdimensionen auf die Feldinhomogenitäten quadratischer Gitter weiter untersucht. Der Verlauf der Welligkeit ist vom Abstand d_{CE} des Gitters zur Kathode abhängig. In Abbildung 5.12 sind die Verläufe der Welligkeit in Abhängigkeit vom relativen Abstand z/d_G jeweils für den Fall von $d_{CE} = 3 \cdot d_G$ und $d_{CE} = 6 \cdot d_G$ aufgetragen. Aus Abbildung 5.12 (a) geht hervor, dass die Welligkeiten nahezu identisch verlaufen. Jedoch erkennt man in Abbildung 5.12 (b), dass im kritischen Bereich $w < 1\%$ die Welligkeit für $d_{CE} = 6 \cdot d_G$ deutlich über der Welligkeit für $d_{CE} = 3 \cdot d_G$ liegt. Ab einem Abstand von $z = 1,5 \cdot d_G$ fällt die Welligkeit auch für $d_{CE} = 6 \cdot d_G$ unter 0,5%.

Für die Gitterdimensionen an sich sind die technologisch erreichbaren Grenzen bei der Herstellung des



(a) Vergleich der Welligkeiten im Wertebereich $0 \leq z/d_G \leq 2,0$.



(b) Vergleich der Welligkeiten im Wertebereich $1,0 \leq z/d_G \leq 2,0$.

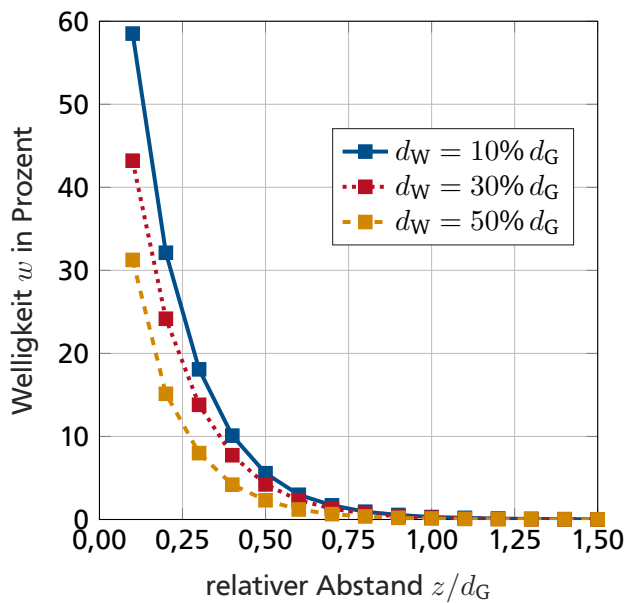
Abbildung 5.12.: Untersuchung der Welligkeit des elektrischen Feldes quadratischer Gitter in Abhängigkeit des relativen Abstand z/d_G für zwei exemplarische Anodenabstände $d_{CE} = 3 \cdot d_W$ und $d_{CE} = 6 \cdot d_W$. Vergrößerte Ansicht des Bereiches von 1,0 bis 1,5 des relativen Abstandes z/d_G in (b), in welchem das Kriterium $w \leq 0,1\%$ erreicht wird.

Gitters, wie zum Beispiel die erreichbare Stegbreite d_W , maßgeblich. In Abbildung 5.13 (a) sind die Verläufe der Welligkeit w für quadratische Gitter mit Stegbreiten von 10 %, 30 % und 50 % der Gitterkonstanten zu sehen. Daraus geht hervor, dass die Welligkeit mit zunehmender Stegbreite d_W abnimmt. Bei den zugrundeliegenden Simulationen wurde $d_{CE} = 3 \cdot d_G$ verwendet. Jedoch gilt es zu beachten, dass durch eine größere Stegbreite d_W die Transparenz des Gitters sinkt, wodurch bei größeren Stegbreiten mehr Elektronen vom Gitter abgefangen werden. So liegt bei einer Stegbreite d_W von 10 % der Gitterperiodizität d_G die Transparenz bei 81 %, wohingegen sie bei $d_W = 30\% \cdot d_G$ bereits nur noch 49 % beträgt.

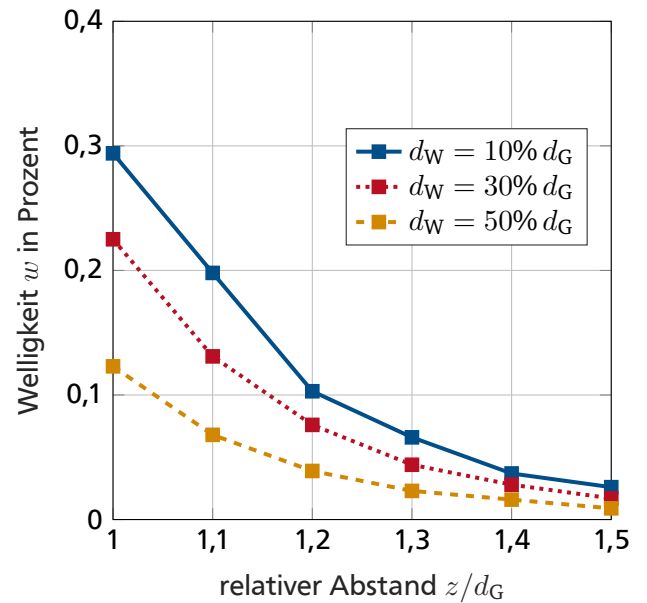
Aus den Ergebnissen der FEM-Simulationen lassen sich verschiedene Schlüsse für die Auslegung eines Extraktionsgitters für eine Vakuumelektronenquelle mit einem zufällig verteilten LAFE ziehen. Wie in Kapitel 2.3.2 diskutiert, ist es wünschenswert, das Gitter möglichst nah an den Emittoren zu platzieren, um das elektrische Feld an den Emitterspitzen zu erhöhen. So steigt der Feldverstärkungsfaktor γ der Emittoren stark an, wenn der Abstand d_{CE} unterhalb des Wertes der zweifachen Emitterhöhe $2 \cdot h$ fällt. Dies erlaubt die Gitterperiodizität mit der Emitterhöhe in Beziehung zu setzen. Dazu werden zwei Annahmen getroffen. Erstens wird angenommen, dass das Gitter in einem Abstand $d_{CE} \leq 2 \cdot h$ positioniert wird, und zweitens, dass die Welligkeit w des elektrischen Feldes, unter Ausblendung der durch die Emittoren erzeugten Feldüberhöhungen, mindestens in einem Abstand $z = d_{CE} - h$, also auf der Höhe der Emitterspitzen, unterhalb von mindestens 1 % bzw. 0,1% sind. Dann folgt als Faustregel

$$1,5 \cdot d_G \leq d_{CE} - h. \quad (5.26)$$

Für die Fertigung eines Gitters gilt es möglichst kleine Stegbreiten d_W erreichen zu können, so dass die Gitterperiodizität d_G ebenfalls verringert werden kann. Dies erlaubt hohe Transparenzen τ bei gleichzeitig



(a) Vergleich der Welligkeiten im Wertebereich $0 \leq z/d_G \leq 1,5$.



(b) Vergleich der Welligkeiten im Wertebereich $1,0 \leq z/d_G \leq 1,5$.

Abbildung 5.13.: Untersuchung der Welligkeit des elektrischen Feldes quadratischer Gitter in Abhängigkeit des relativen Abstand z/d_G für verschiedene Stegbreiten d_W im Bereich von 10 % bis 50 % der Gitterperiodizität $d_G = 100 \mu\text{m}$. Vergrößerte Ansicht des Bereiches von 1,0 bis 1,5 des relativen Abstandes z/d_G in (b), in welchem das Kriterium $w \leq 0,1\%$ erreicht wird.

geringen Welligkeiten w ab einem Abstand von ungefähr der anderthalbfachen Gitterperiodizität d_G . Die Stegbreite d_W sollte in einem Bereich von maximal 10 % bis 20 % der Gitterperiodizität d_G liegen, um Transparenzen von zwischen 64 % und 81 % zu erhalten und folglich den Großteil des Stromes transmittieren zu können. So wird für die Auslegung eines Extraktionsgitters empfohlen, zunächst die technologisch fertigbaren Stegbreiten d_W festzustellen. Damit und durch die geforderte Transparenz lässt sich die Gitterperiodizität d_G ableiten, welche anschließend in Kombination von Gleichung (5.26) und der gegebenen Emittierhöhe h den Abstand d_{CE} vorgibt.

Im nachfolgenden Kapitel wird die im Rahmen dieser Arbeit durchgeführte Fertigung von FE-basierten Vakuumelektronenquellen mit metallischen Nanokonen und die Resultate von Feldemissionsuntersuchungen vorgestellt.

6. Aufbau und Vermessung von Vakuum-elektronenquellen mit metallischen Nanokonen

Aufbauend auf der in Kapitel 5 vorgestellten Modellierung wird in diesem Kapitel die Fertigung von Vakuumelektronenquellen mit metallischen Nanokonen behandelt. Dazu werden zunächst Feldemissionsuntersuchungen an metallischen Nanokonen durchgeführt. Der dabei verwendete Versuchsaufbau wurde von der Arbeitsgruppe von Prof. Rupert Schreiner an der Ostbayerischen Technischen Hochschule Regensburg (OTH Regensburg) zur Verfügung gestellt und wird in Abschnitt 6.1 präsentiert. Die Messergebnisse werden in Abschnitt 6.2 diskutiert. In dem nachfolgenden Abschnitt 6.3 werden zunächst die in dieser Arbeit zur Verfügung stehenden Konstruktionsmöglichkeiten und Fertigungstechniken dargelegt. Anschließend werden die in dieser Arbeit entwickelten FE-basierten Vakuumelektronenquellen vorgestellt und mit weiteren Feldemissionsuntersuchungen charakterisiert.

6.1. Experimenteller Aufbau zur Feldemissionsmessung

Vor der Entwicklung von miniaturisierten Vakuumelektronenquellen, welche in den durch die Anforderungen gegebenen Bauraum passen, wurde zunächst eine Charakterisierung der Feldemissionseigenschaften der metallischen Nanokonen durchgeführt. Dazu wurden in Zusammenarbeit mit den Mitarbeitern Langer und Ławrowski aus der Gruppe von Prof. Schreiner an der OTH Regensburg Prototypen von Vakuumelektronenquellen mit metallischen Nanokonen aufgebaut und vermessen.

Für die Vermessung von FE-basierten Vakuumelektronenquellen steht an der Arbeitsgruppe eine Vakuumkammer zur Verfügung, in welcher Drücke im Bereich von $1 \cdot 10^{-9}$ mbar erzeugt werden können. Dazu besitzt die Vakuumkammer eine Vorkammer zum Einschleusen der Proben, aus welcher die Proben in die Hauptkammer überführt werden können. Dank einer Hochspannungsquelle und über damit verbundene Wolframnadeln innerhalb der Hauptvakuumkammer können FE-Kathoden und Extraktionsgitter kontaktiert werden. Eine schematische Darstellung des Versuchsaufbaus ist in Abbildung 6.1 (a) zu sehen.

Für die Montage von Vakuumelektronenquellen stehen in der Arbeitsgruppe von Prof. Schreiner Extraktionsgitter, Abstandshalter und entsprechende Probenhalter zur Verfügung. Entsprechend werden daran angepasste FE-Kathoden mit dem Abstandshalter und dem Gitter justiert und in einem Probenhalter befestigt, wie in Abbildung 6.1 (a) und (b) gezeigt. Dazu werden die Komponenten mit einem zum Probenhalter zugehörigen Haltebügel und entsprechenden Schrauben kraftschlüssig verbunden.

Mithilfe einer Hochspannungsquelle vom Typ HCP 350–12500 der Firma FuG Elektronik können zwischen FE-Kathode und Extraktionsgitter Spannungen bis in den kV-Bereich angelegt werden. Zum Vermessen der dabei auftretenden Ströme stehen zwei verschiedene Betriebsmodi zur Verfügung.

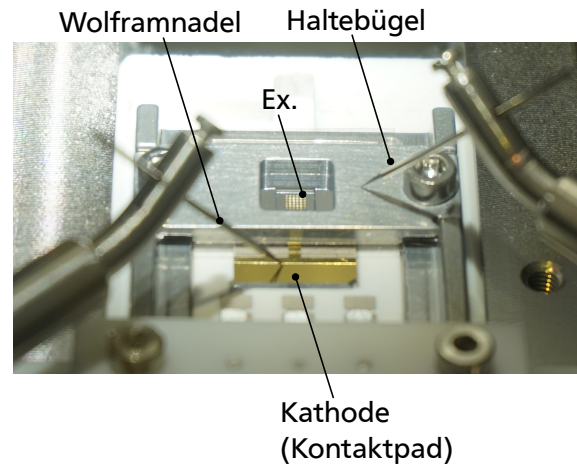
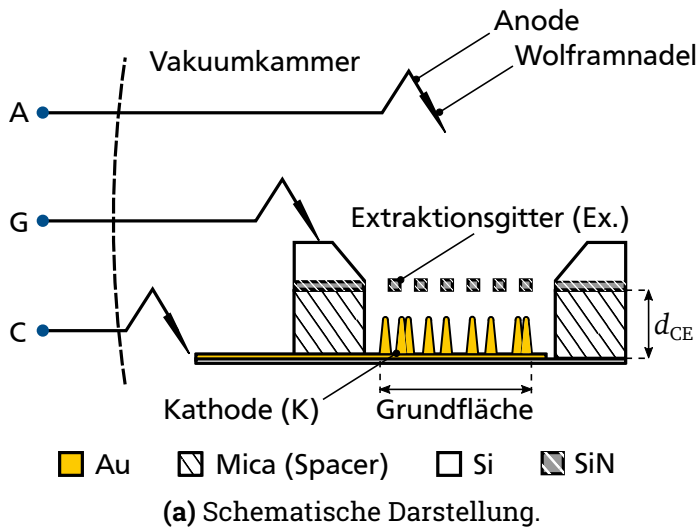


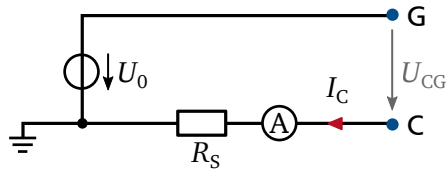
Abbildung 6.1.: Veranschaulichung des Versuchsaufbaus zur Feldemissionsmessung an der OTH Regensburg. (a) Schematische Darstellung des Aufbaus innerhalb der Vakuumkammer, sowie der aus der Kammer herausgeführten elektrischen Anschlüsse zur Anode (A), zum Gitter (G) und zur Kathode (C). Der Probenhalter inklusive dem zugehörigen Haltebügel sind der Übersichtlichkeit halber nicht eingezeichnet. (b) Foto einer in der Vakuumkammer mithilfe der Wolframnadeln kontaktierten FE-basierten Vakuumelektronenquelle. An der OTH Regensburg stehen dazu Probenhalter zur Verfügung, bei denen die FE-Kathode, ein aus Glimmer bestehender Abstandshalter und ein auf einem Si-Wafer als Substrat gefertigtes metallisierten SiN-Gitter über einen anschraubbaren Haltebügel kraftschlüssig verbunden werden. Aufgrund der Metallisierung des Gitters kann die Kontaktierung des Gitters auch über den Haltebügel durchgeführt werden, wie in dem Foto zu sehen ist.

Bei dem sogenannten Diodenbetrieb, welcher in Abbildung 6.2 (a) dargestellt ist, wird der Kathodenstrom I_C vermessen. Dabei liegt zwischen der FE-Kathode und dem Extraktionsgitter eine Spannung U_{CG} an, welche durch die Spannungsquelle U_0 erzeugt wird. Um die Elektronik vor Kurzschlüssen zu schützen, wird ein Vorwiderstand R_S variabler Größe verwendet. Im Falle eines Kurzschlusses zwischen Kathode und Extraktionsgitter begrenzt dieser Vorwiderstand den fließenden Strom. Der Kathodenstrom I_C wird mithilfe eines Picoamperemeters vom Typ Keithley 6487 gemessen. Der über das Extraktionsgitter abfließende Strom und der durch das Gitter hindurchtretende Transmissionsstrom werden mit dieser Schaltung nicht erfasst.

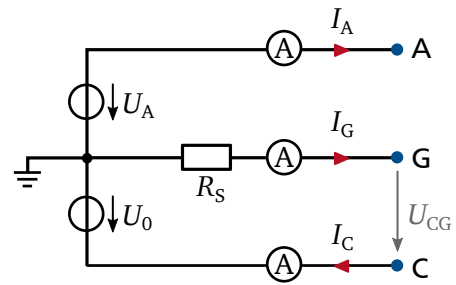
Für die Messung aller auftretenden Ströme eignet sich der sogenannte Triodenbetrieb, welcher in Abbildung 6.2 (b) gezeigt ist. Dabei werden zwei weitere Strommessgeräte, in diesem Falle jeweils zwei weitere Keithley 6487 Picoamperemeter, und eine weitere Spannungsquelle angeschlossen. Im Triodenbetrieb wird eine der Wolframnadeln als Anode verwendet.

Im nächsten Abschnitt werden die mit diesem Aufbau vermessenen Proben und deren Ergebnisse bei der Feldemission vorgestellt.

(Anode nicht angeschlossen) • A



(a) Elektrische Schaltung im Diodenbetrieb.



(b) Elektrische Schaltung im Triodenbetrieb.

Abbildung 6.2.: Schematische Darstellung der beiden Betriebsmöglichkeiten zur Vermessung der Ströme am Versuchsaufbau an der OTH Regensburg. Die Anschlüsse A, G und C entsprechen den in Abbildung 6.1 gezeigten Anschlüssen zur Anode, zum Gitter und zur FE-Kathode.

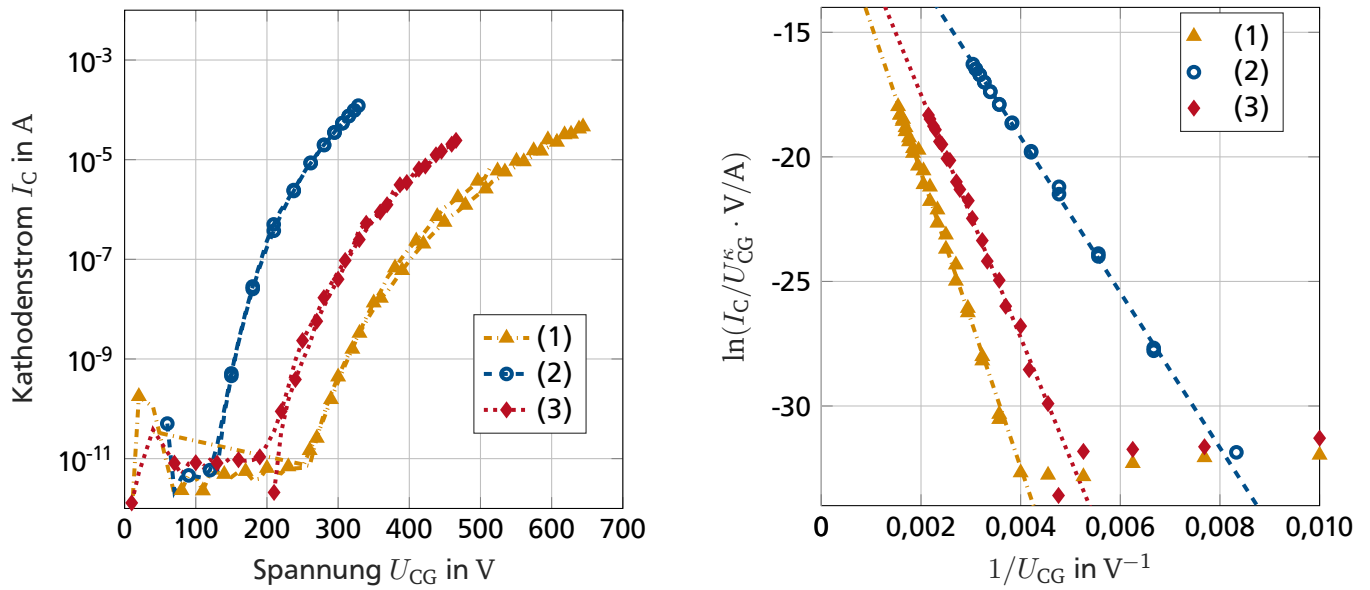
6.2. Feldemissionsmessungen von metallischen Nanokonen

Das zur Verfügung gestellte Gitter besteht aus einem metallisierten Siliziumnitrid-Gitter, welches auf einem Silizium-Substrat prozessiert wurde. Das Substrat bildet einen Rahmen um das quadratische Gitter mit einer Kantenlänge von 3 mm. Das Gitter besitzt eine optische Transparenz τ von ca. 40%.

Als Abstandshalter liegen Mica-Folien mit einer Dicke von 50 μm und einer kreisförmigen Aussparung mit 3 mm Durchmesser vor.

Für die Messungen wurden an diese Gitter und Abstandshalter angepasste FE-Kathoden gefertigt. Als Substrat diente dabei ein Borosilikatglaswafer mit einer Dicke von 700 μm . Der Wafer wurde mit 20 nm Chrom und mit 300 nm Gold bedampft. Die Metallisierung wird anschließend photolithographisch strukturiert und auf einer kreisförmigen Grundfläche mit einem Durchmesser von 2,5 mm mit Nanokonen versehen. Bei der Herstellung dieser Proben wurde weder die Polymermembran mit einem Sauerstoffplasma aktiviert noch der Schwamm während der galvanischen Abscheidung zyklisch zusammengepresst. Diese Schritte wurden erst später in den Herstellungsprozess integriert.

Für die Feldemissionsmessungen wurden Kathoden mit drei verschiedenen Emittendichten ρ vorbereitet, Probe 1 mit einer nominalen Emittendichte von $6 \cdot 10^4$ Emitter/ cm^2 , Probe 2 mit $4 \cdot 10^5$ Emitter/ cm^2 und Probe 3 mit $1 \cdot 10^6$ Emitter/ cm^2 . Als nominale Emittendichte wird in diesem Fall die Porendichte der zugrundeliegenden Polymermembran bezeichnet, wobei die reale Emittendichte aufgrund von Defekten niedriger liegt, wie in Kapitel 4.3.4 beschrieben. Während der Herstellung dieser Proben war das Ziel, einheitliche Geometriegrößen der Konen zu erreichen, um insbesondere die Effekte der gegenseitigen Abschattung der Konen zu untersuchen. Die Emittterhöhe h beträgt bei allen Proben 24 μm . Der Basisradius r_b liegt bei 1,5 μm bei Probe 1, 1,8 μm bei Probe 2 und 1,875 μm bei Probe 3. Die Spitzendurchmesser vollständig ausgewachsener Konen konnten bisher aufgrund zu geringer Auflösung nicht durch REM-Aufnahmen exakt bestimmt werden. Darum wurde der Spitzenradius mit einer Obergrenze abgeschätzt. Bei Probe 1 lag die Obergrenze bei 500 nm, bei Probe 2 und 3 jeweils bei 300 nm. Die vereinzelt FE-Kathoden hatten eine Größe von 10 mm \times 14 mm und eine Kontaktfläche zur elektrischen Kontaktierung. Die FE-Kathoden wurden wie in Abbildung 6.1 gezeigt mit dem Abstandshalter und dem Gitter in dem Probenhalter montiert und anschließend in die Vakuumkammer geschleust.



(a) Kathodenstrom I_C in Abhängigkeit von der Spannung U_{CG} .

(b) Darstellung der Messergebnisse als MG-Plot inklusive linearer Fits.

Abbildung 6.3.: Präsentation der Resultate von Feldemissionsmessungen der Proben 1 bis 3 an der OTH Regensburg. (a) Darstellung in halblogarithmischer Darstellung des Kathodenstroms I_C , welcher dem Gesamtemissionsstrom i_M entspricht, in Abhängigkeit von der angelegten Spannung U_{CG} zwischen Kathode und Extraktionsgitter. (b) Darstellung der Messdaten im MG-Plot zur Datenanalyse. Die Geometrieigenschaften und jeweiligen charakteristischen Messgrößen der Proben sind in Tabelle 6.1 aufgelistet.

Zu Beginn der Feldemissionsmessungen wurden die Proben zunächst „konditioniert“. Dazu folgte die angelegte Spannung U_0 einem Dreieckverlauf, wobei die Maximalspannung nach einem Sägezahndurchlauf erhöht wurde, bis ein Strom im unteren μA -Bereich gemessen wurde. Anschließend wird die Spannung auf den für diesen Strom notwendigen Wert erhöht und dann für eine Dauer von 10 min bis 30 min konstant gehalten. Dabei lässt sich in der Regel bei konstanter Spannung ein steigender Emissionsstrom beobachten. Nach einigen Wiederholungen dieser Routine ist in der Regel eine Stabilisierung des Emissionsstrom festzustellen. Die präsentierten Messwerte wurden nach dem Durchlaufen dieser Konditionierung aufgenommen.

In Abbildung 6.3 (a) ist der Kathodenstrom in Abhängigkeit von der Spannung U_{CG} von drei Proben mit den jeweils drei untersuchten Emitterdichten in halb-logarithmischer Darstellung zu sehen. Zur Datenauswertung werden die Daten im MG-Plot aufgetragen, wie in Abbildung 6.3 (b) gezeigt. Aus der Steigung des MG-Plots lässt sich gemäß Gleichung (2.44) für die Proben jeweils ein charakteristischer Feldverstärkungsfaktor γ_C^{MG} , auch mit FEF, engl. „field enhancement factor“ abgekürzt, ermitteln. Diese liegen unterhalb der in der Veröffentlichung [5] mittels FN-Plots ermittelten Feldverstärkungsfaktoren γ_C^{FN} . Dies ist laut Forbes zu erwarten, da der MG-Plot die Daten besser linearisiert als der FN-Plot und die Feldverstärkungsfaktoren somit genauer über die Steigung zu ermitteln sind [80].

Neben dem Feldverstärkungsfaktor wurden weitere charakteristische Werte der Proben hinsichtlich ihrer Geometrien und Feldemissionseigenschaften bestimmt. Diese sind in Tabelle 6.1 aufgelistet. In diesem Fall entspricht das onset field dem elektrischen Feld, bei dem ein Emissionsstrom von 1 nA gemessen wurde. Der maximale Kathodenstrom mit der zugehörigen Spannung $U_{CG,max}$ entspricht dem während

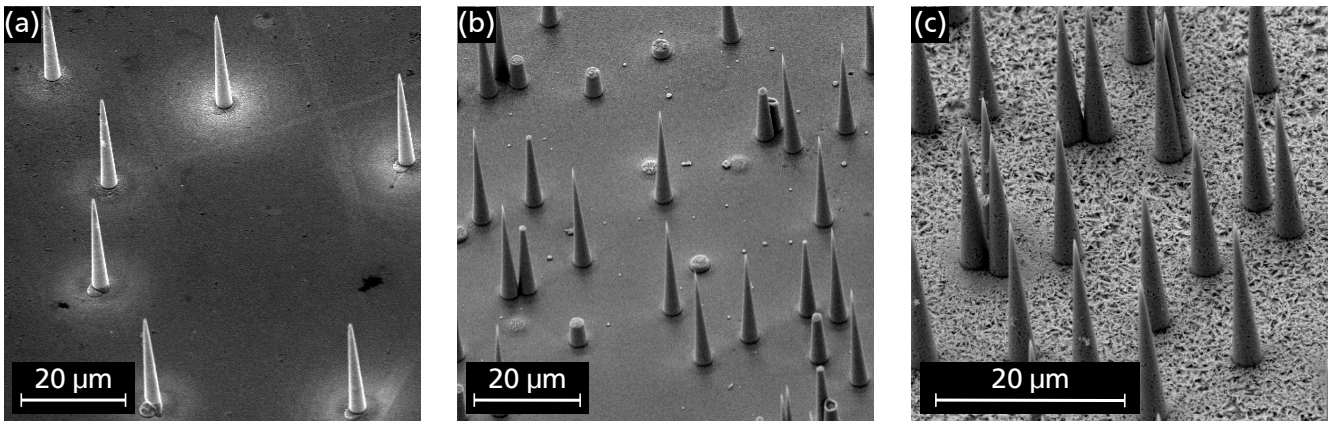


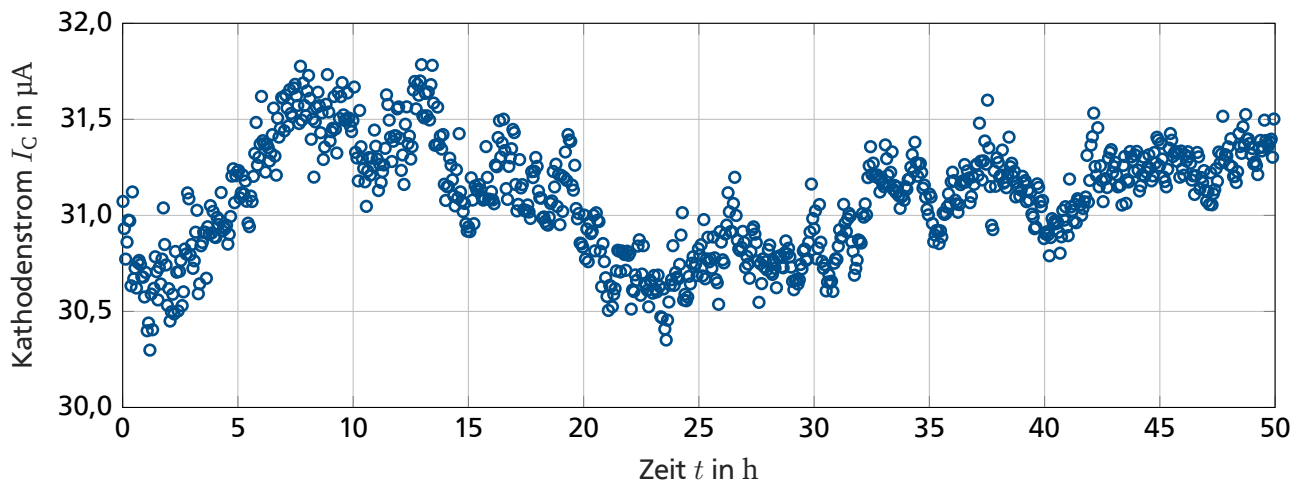
Abbildung 6.4.: REM-Aufnahmen der Goldnanokonen der drei vermessenen Proben. (a) Probe 1 mit $6 \cdot 10^4$ Emitter/cm². (b) Probe 2 mit $4 \cdot 10^5$ Emitter/cm². (c) Probe 3 mit $1 \cdot 10^6$ Emitter/cm².

der Messungen aufgenommenen Maximalwert. Dieser entspricht keinem absoluten Maximalwert, da die Leistungsgrenzen der Proben zur Vermeidung einer Zerstörung nicht ausgetestet wurden. Die maximale makroskopische Emissionsstromdichte $j_{M,max}$ ergibt sich aus dem Quotienten aus Maximalstrom und Grundfläche A_M des LAFEs. Im Vergleich zeigte Probe 2 die besten Feldemissionscharakteristika mit einem Feldverstärkungsfaktor γ_C^{MG} von ungefähr 1160 und einem maximal gemessenen Kathodenstrom von 142,2 µA bei einer Spannung U_{CG} von 339 V.

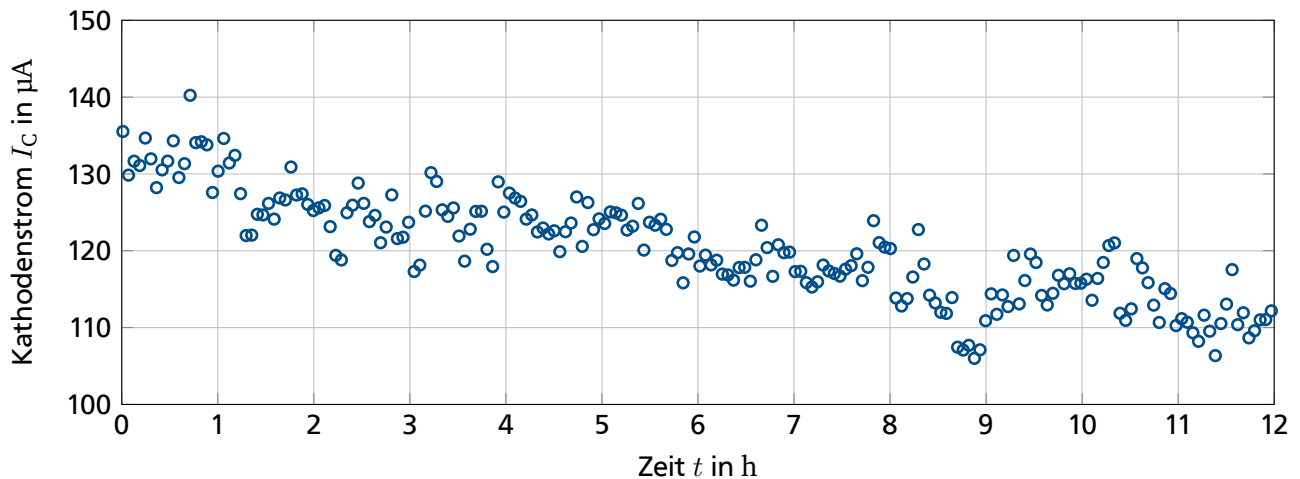
Wie in den REM-Aufnahmen in Abbildung 6.4 zu sehen ist, entspricht die reale Emittendichte ρ nicht der nominalen Porendichte der zur Herstellung der Konen verwendeten Polymermembranen, da Defekte, wie beispielsweise nicht oder nur unvollständig gewachsene Konen, häufig auftreten. Dies erklärt, warum Probe 1 mit einem Feldverstärkungsfaktor γ_C^{MG} von ungefähr 610 signifikant schlechtere Feldemissionseigenschaften aufweist als Probe 2, obwohl die nominale Konendichte von Probe 1 näher an der in Kapitel 5 ermittelten optimalen Emittendichte von circa 1 Emitter/cm² bis $2 \cdot 10^4$ Emitter/cm² liegt. Außerdem haben elektronenmikroskopische Messungen von einzelnen Emitterspitzen gezeigt, dass im Mittel die Emitterspitzen von Probe 2 kleinere Radien aufweisen als die Emitterspitzen von Probe 1. Gleiches gilt für Probe 3, bei welcher die Goldnanokonen nach der Herstellung eine starke Polykristallinität und Granularität aufweisen, was kleinere Spitzenradien ermöglicht. Bei Probe 3 scheint im Vergleich zu Probe 2 die gegenseitige Abschattung der Emitter bereits die Feldemission zu hemmen, was in dem niedrigeren

Tabelle 6.1.: Übersicht über die Eigenschaften der untersuchten Proben sowohl hinsichtlich ihrer Geometrie als auch ihrer Feldemission.

Probe	1	2	3	Einheit, Anm.
nominale Emittendichte ρ	$6 \cdot 10^4$	$4 \cdot 10^5$	$1 \cdot 10^6$	Emitter/cm ²
Basisradius r_b	1,50	1,80	1,88	µm
onset field E_{on}	6,4	3,1	5,0	V/µm
max. Kathodenstrom $I_{M,max}$	37,5	142,2	29,1	µA
max. makro. Emissionsstromdichte $j_{M,max}$	0,76	2,90	0,59	mA/cm ²
Spannung $U_{CG,max}$	623	339	471	V
Extrahierter charakteristischer FEF γ_C^{MG}	≈ 610	≈ 1160	≈ 740	
Extrahierter charakteristischer FEF γ_C^{FN}	≈ 640	≈ 1240	≈ 800	s. Ref. [5]



(a) Kathodenstrom I_C der Probe 2 in Abhängigkeit von der Zeit t bei der Spannung $U_{CG} = 290\text{ V}$.



(b) Kathodenstrom I_C der Probe 2 in Abhängigkeit von der Zeit t bei der Spannung $U_{CG} = 338\text{ V}$.

Abbildung 6.5.: Untersuchung der Stabilität des emittierten Kathodenstromes I_C in mittleren und oberen μA -Bereich. Der Übersichtlichkeit halber ist jeweils nur jeder 100. Messwert in den Kurven gezeigt. Es sei darauf hingewiesen, dass die y-Achsen-Skalierung der beiden Graphen unterschiedlich ist.

ermittelten Feldverstärkungsfaktor resultiert.

Aufgrund der guten Feldemissionsergebnisse wurde Probe 2 näher hinsichtlich der Stromstabilität untersucht, da diese eines der wesentlichen Kriterien für Vakuumelektronenquellen mit Einsatz in Ionisationsmanometern im SIS100 entspricht.

In Abbildung 6.5 (a) ist eine Messung des Kathodenstroms von Probe 2 über fünfzig Stunden im mittleren μA -Bereich zu sehen. Der mittlere Kathodenstrom beträgt dabei $(31,0 \pm 1,3) \mu\text{A}$. In diesem Strombereich ließ sich keine Verringerung des Kathodenstromes aufgrund einer Degradation der Emitterspitzen beobachten. Wie in der Abbildung 6.5 (b) dargestellten Messung zu sehen ist, ließ sich im oberen μA -Bereich nach zwölf Stunden hingegen eine starke Abnahme des Emissionsstromes beobachten. Während der Kathodenstrom I_C zu Beginn der Messung noch zwischen $130 \mu\text{A}$ und $140 \mu\text{A}$ lag, betrug er nach den zwölf Stunden nur noch $110 \mu\text{A}$.

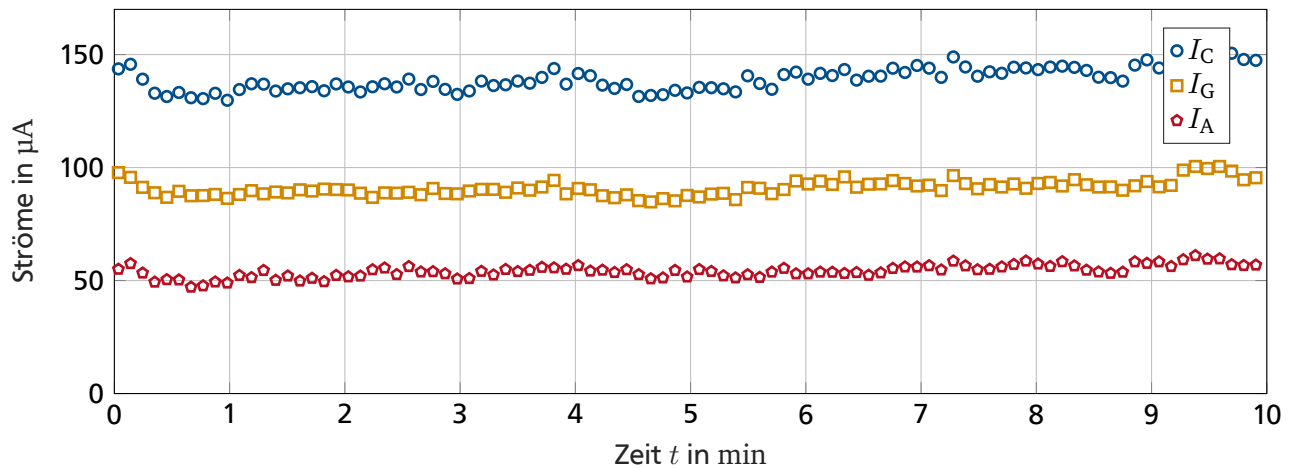


Abbildung 6.6.: Vermessung der Aufteilung des Kathodenstroms I_C in Gitterstrom I_G und Anodenstrom I_A mithilfe des Triodenbetriebs des Messaufbaus. Die angelegte Spannung U_{CG} beträgt 340 V. Zur besseren Übersichtlichkeit ist nur jeder dritte Messwert aufgetragen.

Weiterhin wurden ebenfalls Transmissionsmessungen im Triodenbetrieb durchgeführt, um die Aufteilung des Kathodenstromes experimentell zu erfassen. Wie in Abbildung 6.6 zu sehen ist, ist der Anteil des durch das Gitter transmittierten Stromes I_A nahezu identisch mit der Transparenz des Extraktionsgitters von 40 %. Dies führt dazu, dass lediglich ein Anodenstrom I_A von circa 50 µA die Elektronenquelle verlässt, während von der Kathode ein Strom I_C von 140 µA emittiert wird.

Aus den Vorversuchen lassen sich verschiedene Optimierungsmöglichkeiten für die Vakuumelektroden festhalten. Zum einen gilt es den Transmissionsstrom und damit die Effizienz der Vakuumelektroden zu erhöhen. Dazu muss ein Gitter mit höherer Transparenz τ verwendet werden. Weiterhin gilt es den Emissionsstrom im oberen µA-Bereich zu stabilisieren. Dies lässt sich durch einerseits größere Kathodenflächen und andererseits mit möglichst homogen gewachsene Emittern mit möglichst kleinen Emitterspitzenradien erreichen.

Prinzipiell zeigen die Ergebnisse der Feldemissionsmessungen, dass LAFE mit metallischen Nanokonen ähnliche Feldemissionsströme bei vergleichbaren Extraktionsfeldern wie auch beispielsweise mit CNTs erreicht werden können. Zum Vergleich dazu hat die von Li et al. mit CNTs entworfene Vakuumelektrodenquelle bei einer Extraktionsspannung U_{CG} von 400 V einen Kathodenstrom I_C von 30 µA geliefert [127]. Bei einem Abstand CE von 190 µm zwischen Kathode und Gitter entspricht dies einem Extraktionsfeld von 2,1 V/µm. Die von Lotz verwendeten CNT-Elektroden lieferten anfänglich deutlich höhere Emissionsströme (500 µA), aber benötigten dafür gleichfalls höhere Extraktionsspannungen (620 V), was einem Extraktionsfeld von 4,1 V/µm entsprach. Der Emissionsstrom der CNT-Elektroden nahm unter Raumtemperatur ab, so dass nach 12 h konstanter Emission der Emissionsstrom 400 µA maß. Die dazu vergleichsweise niedrigen Extraktionsspannungen von Probe 2 sind dem Umstand geschuldet, dass das Extraktionsgitter näher an der FE-Kathode platziert ist.

Basierend auf diesen Resultaten wurde die Fertigung von auf den Bauraum angepassten, miniaturisierten Vakuumelektroden ins Auge gefasst.

6.3. Fertigung und Charakterisierung von Vakuumelektronenquellen mit metallischen Nanokonen

Wie in den Anforderungen in Kapitel 3.2 festgelegt wurde, soll ein Ionisationsmanometer (IM) vom Typ Leybold IE 514 mit FE-basierten Vakuumelektronenquellen ausgestattet werden. Wie in Abbildung 6.7 zu sehen ist, besteht die Möglichkeit mehrere Vakuumelektronenquellen zu montieren und so den Gesamtstrom zu vergrößern, was in dieser Art auch bereits von Lotz ausgenutzt wurde [19]. Bei von Lotz durchgeführten Simulationen der Elektronentrajektorien zeigte sich zudem, dass die Ionisationseffizienz erhöht werden kann, wenn sich die Vakuumelektronenquellen nicht gegenüberliegen. In Abbildung 6.7 (c) ist die beispielhafte Anordnung von drei Vakuumelektronenquellen dargestellt.

Das IM Leybold IE 514 besitzt mehrere Möglichkeiten zur Durchführung elektrischer Leitungen in den sich im UHV befindlichen Teil des IM. Zwei elektrische Durchführungen sind bereits in der ursprünglichen Ausstattung für den Betrieb einer Glühkathode vorhanden, siehe Abbildung 6.7 (a). Diese können für die FE-basierten Vakuumelektronenquellen verwendet werden, welche dann in Parallelschaltung betrieben werden. Dazu werden die Quellen an zwei Halteringen befestigt, die wiederum an die elektrischen Durchführungen geschraubt werden, wie Abbildung 6.7 (b) zu sehen ist. Es gilt passende Vakuumelektronenquellen für einen Aufbau dieser Art herzustellen.

Im Folgenden wird zunächst auf die verschiedenen, in dieser Arbeit gegebenen Gestaltungs- und Fertigungsmöglichkeiten zur Fertigung passender FE-Kathoden und die für UHV zulässigen Verbindungsverfahren eingegangen. Die Gestaltung der FE-Kathode baut insbesondere auf den Erkenntnissen aus den in Kapitel 6.2 gezeigten Feldemissionsuntersuchungen der metallischen Nanokonen auf. Anschließend werden die angefertigten Vakuumelektronenquellen vorgestellt.

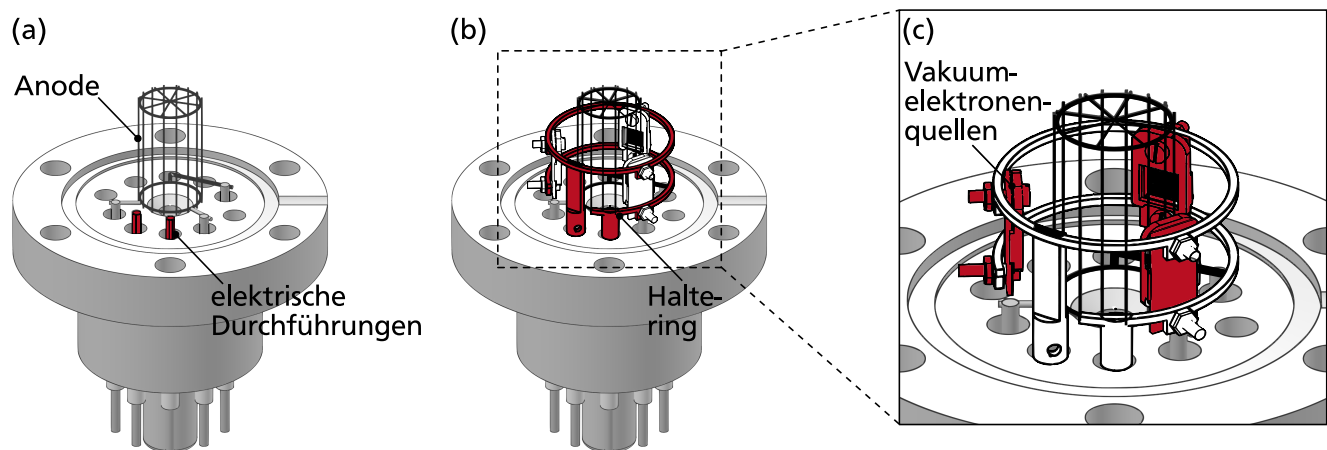


Abbildung 6.7.: Schematische Darstellung der Einbaumöglichkeit von Vakuumelektronenquellen in das Ionisationsmanometer (IM) Leybold IE 514. Die der Abbildung zugrundeliegenden CAD-Dateien vom IM Leybold IE 514 und der Haltevorrichtung der Vakuumelektronenquellen wurden von Marcel Lotz zur Verfügung gestellt. (a) IM Leybold IE 514 mit Anodenkäfig und ohne Glühkathode, wodurch zwei elektrische Durchführungen verwendet werden können, die rot hervorgehoben sind. (b) Halteringe zum Einbau mehrerer, parallel betriebener Vakuumelektronenquellen nach Lotz, in rot hervorgehoben. (c) Detailansicht des Anodenkäfigs, der ringförmigen Halterung und der rot eingefärbten Vakuumelektronenquellen.

Beginnend bei der Substratauswahl lässt der Herstellungsprozess der Nanokonen einen gewissen Gestaltungsfreiraum für die Fertigung von FE-Kathoden zu. Grundsätzlich gilt es anfangs zu entscheiden, ob ein elektrisch leitendes oder ein elektrisch isolierendes Substrat verwendet werden soll. Bei einem elektrisch leitenden Substrat gilt es bei dem Herstellungsverfahren eine elektrisch-isolierende Galvanomaske für eine örtlich definierte galvanische Abscheidung der Nanokonen aufzubringen. Andersherum müssen elektrisch isolierende Substrate mit einer strukturierten Metallisierung versehen werden. In beiden Fällen sollte sich das Substrat durch eine geringe Oberflächenrauheit auszeichnen, damit die Nanokonen mit einer gleichen Höhe aufwachsen. In der Photolithografie werden konventionell beispielsweise Glaswafer, Siliziumwafer und Keramikwafer verwendet. Borosilikatglaswafer isolieren elektrisch gut und weisen eine glatte Oberfläche auf. Polierte Wafer aus Silizium weisen ebenfalls eine Oberfläche mit sehr niedriger Oberflächenrauigkeit auf. Jedoch ist eine zusätzliche, hinreichend dicke Schicht zur elektrischen Isolation, z.B. aus Siliziumdioxid (SiO_2) oder Siliziumnitrid (Si_3N_4), notwendig. Silizium hat zudem eine geringe Bruchfestigkeit unter Zugspannung, so dass Chips nicht direkt für Verschraubungen geeignet sind, sondern noch in entsprechende Halter eingefasst werden müssen. Keramiksubstrate aus Aluminiumoxid (Al_2O_3) zeichnen sich durch eine gute elektrische Isolation aus, besitzen aber eine hohe Oberflächenrauigkeit, so dass sie nicht weiter in Betracht gezogen werden.

Glassubstrate lassen für die weitere Verwendung die meisten Optionen zur Gestaltung einer Verbindung zu den anderen Bauteilen, beispielsweise über Anodisches Bonden mit einem auf Silizium basierenden Extraktionsgitter oder einer Schraubverbindung der Komponenten mithilfe von ultraschallgebohrten Löchern zu, so dass diese im Folgenden weiterverwendet werden. Die für diese Arbeit im Reinraum vorhandenen Geräte zur Herstellung der FE-Kathoden sind auf runde 100 mm-Substrate (4-Zoll-Wafer) ausgelegt und somit die Größe der verwendeten Substrate in dieser Arbeit dadurch vorgegeben.

Die Größe und Form der LAFE-Grundfläche ist durch das Herstellungsverfahren frei gestaltbar, aber durch den Bauraum der Vakuumelektronenquelle und die anderen Komponenten limitiert. Der Durchmesser der kreisförmigen Grundflächen konnte auf 3 mm vergrößert werden, was einer Flächenvergrößerung von 44 Prozent im Vergleich zu den in Kapitel 6.2 präsentierten Proben entspricht.

Die Geometrie der Konen auf der FE-Kathode ist durch das Herstellungsverfahren limitiert, jedoch konnte die Verteilung mithilfe der in Kapitel 5 vorgestellten Optimierung verbessert werden. In den in Kapitel 6.2 präsentierten Feldemissionsuntersuchungen zeigte Probe 2 mit $4 \cdot 10^5$ Emitter/ cm^2 die besten Emissionswerte. Jedoch wies sie eine hohe Anzahl an nicht vollständig gewachsenen Konen auf. Bei einer erhöhten Homogenität ist folglich die nominale Emitterdichte zu senken. Aus diesem Grund wurde für die Herstellung von FE-Kathoden eine nominale Emitterdichte von $1 \cdot 10^5$ Emitter/ cm^2 verwendet. In Abbildung 6.8 sind exemplarische REM-Aufnahmen von den mit dieser Emitterdichte hergestellten Konen abgebildet. Innerhalb des Herstellungsprozesses der metallischen Nanokonen konnte mit der Plasmaaktivierung der Polymermembranen und das zyklische Zusammenpressen des Schwammes während der galvanischen Abscheidung der Konen ein deutlich homogeneres Wachstum von Nanokonen erreicht werden, wie man auch in Abbildung 6.8 sehen kann.

Für die Fertigung einer FE-basierten Vakuumelektronenquelle ist eine UHV-taugliche Verbindung aller Bauteile unerlässlich. Die Wahl des Verbindungsverfahrens gibt zudem die Gestaltung der weiteren Bauteile vor. Der Fertigungsprozess der metallischen Nanokonen schließt einen Aufbau wie beispielsweise bei Spindt-Arrays aus, da sich eine Gate-Elektrode nicht in den Prozess implementieren lässt. Folglich gilt es ein Extraktionsgitter als separates Bauteil einzubauen. Im Rahmen dieser Arbeit wurden insbesondere Anodisches Bonden und eine kraftschlüssige Verbindung mithilfe von Mikroschrauben als mögliche Verbindungstechniken identifiziert.

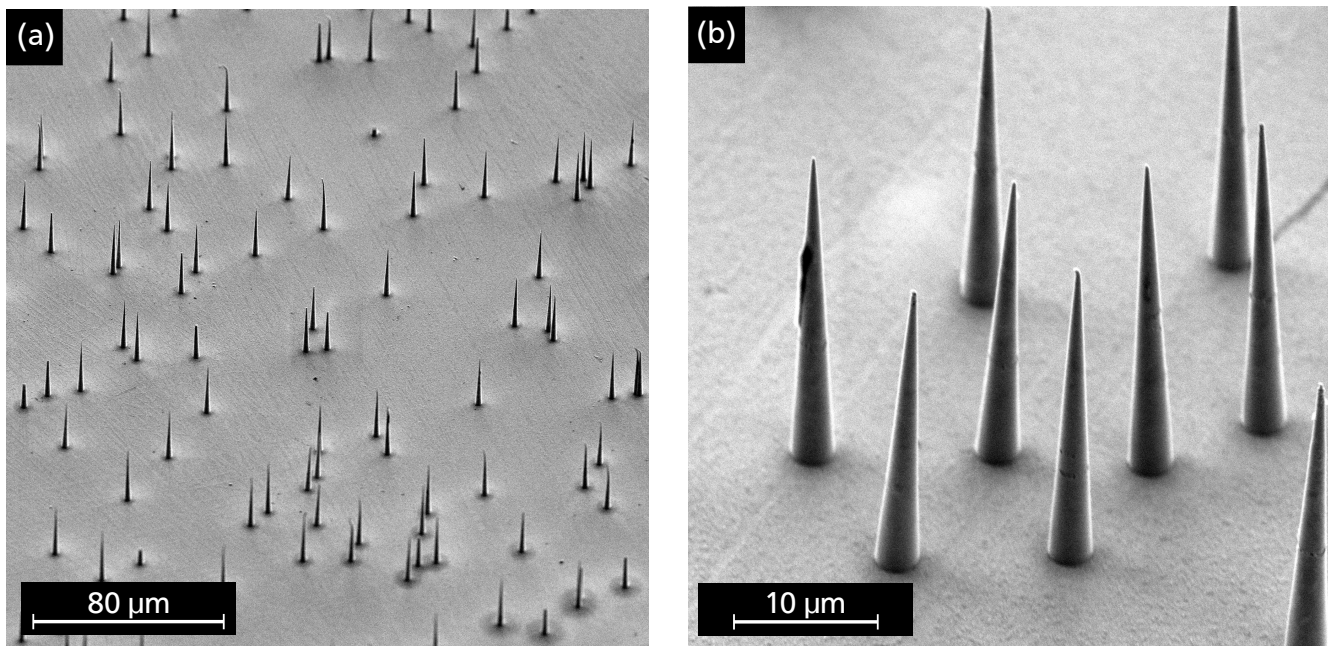


Abbildung 6.8.: REM-Aufnahmen von Goldnanokonen mit einer Dichte von $1 \cdot 10^5$ Emitter/cm², welche in die Vakuumelektronenquellen eingebaut wurden. (a) Übersichtsansicht. (b) Detailansicht.

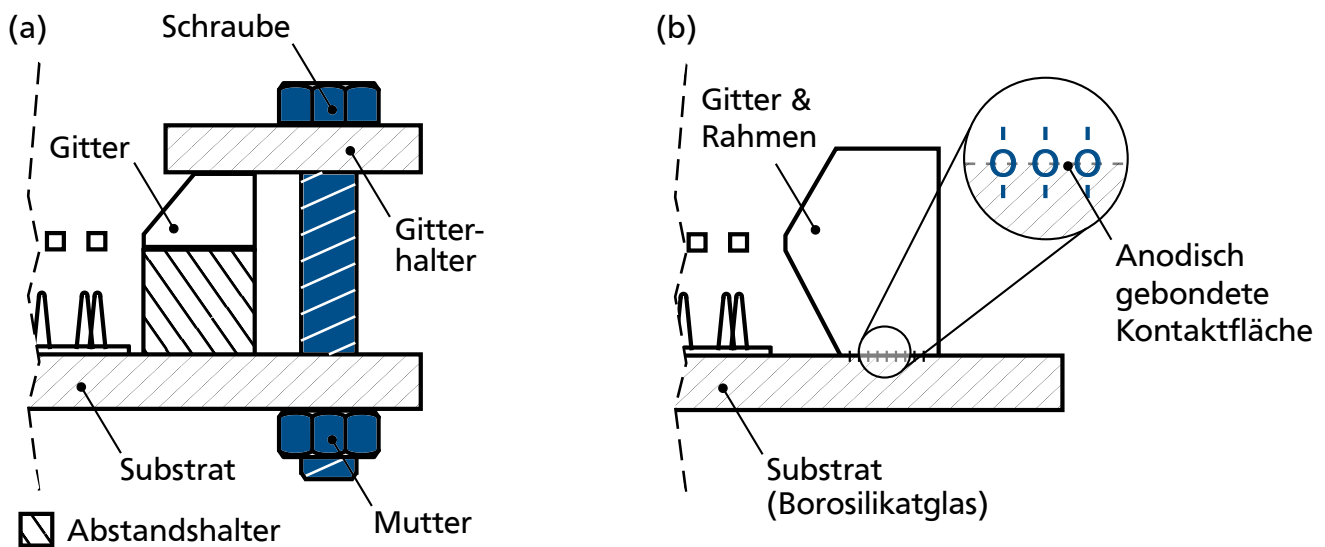


Abbildung 6.9.: Schematische Darstellung zweier verschiedener vakuumtauglicher Verbindungsmöglichkeiten zur Realisierung einer FE-basierten Vakuumelektronenquelle mit metallischen Nanokonen. (a) Bei einer Schraubverbindung werden die Komponenten kraftschlüssig verbunden. Das Gitter wird beispielsweise mithilfe eines nicht-leitenden Abstandshalters von der FE-Kathode separiert. (b) Beim anodischen Bonden werden bei einer Temperatur von 200 °C bis 400 °C eine Hochspannung zwischen den Kontaktflächen bestehend aus Borosilikatglas und Silizium angelegt. Diese bewirkt die Entstehung von Si-O-Bindungen zwischen Gitterrahmen und Kathodensubstrat. Bei diesem Entwurf einer Vakuumelektronenquelle wird die nicht-leitende Eigenschaft des Borosilikatglases ausgenutzt, um Gitter und FE-Kathode elektrisch voneinander zu isolieren.

Anodisches Bonden bezeichnet die Verbindung einer Silizium- mit einer Glasoberfläche bei Temperaturen höher als 200 °C und einer äußeren angelegten Gleichspannung ab circa 400 V [213]. Dabei bilden sich Sauerstoffverbindungen zwischen den beiden Kontaktflächen. Folglich gilt es für anodisches Bonden ein auf einem Siliziumsubstrat prozessiertes Gitter zu fertigen. Anodisches Bonden verspricht eine sehr hohe Maßhaltigkeit und Genauigkeit hinsichtlich des Abstandes zwischen Kathode und Gitter. Dieses Verfahren konnte jedoch nicht getestet werden, weil die für den Herstellungsprozess notwendige Infrastruktur nicht vorhanden war. Außerdem ist die Temperaturstabilität der metallischen Nanokonzen für diesen Prozess ein noch zu untersuchender Aspekt, da diese aufgrund der Rayleigh-Instabilität möglicherweise abstumpfen.

Eine kraftschlüssige Verbindung mittels Mikroschrauben von FE-Kathode und Gitter ist vollkommen unabhängig vom Herstellungsverfahren der Gitter und lässt dementsprechend die volle Gestaltungsfreiheit für das Gitter. Aus dem Grund wurden erste miniaturisierte Vakuumelektronenquellen mit einer Schraubverbindung realisiert. In Abbildung 6.9 sind Skizzen von Vakuumelektronenquellen basierend auf diesen Verbindungsverfahren dargestellt.

In den nachfolgenden Abschnitten wird der Aufbau dieser Vakuumelektronenquellen und die Charakterisierung durch Feldemissionsuntersuchungen vorgestellt.

6.3.1. Vakuumelektronenquellen mit Wolfram-Gewebe

Aufgrund seiner für Gewebe vergleichsweise geringen Maschenweite und hohen optischen Transparenz von circa 77% wurde ein Wolfram-Gewebe mit einer Maschenweite, vergleichbar mit der Gitterperiodizität d_G , von 170 µm und einer Drahtstärke, vergleichbar mit der Stegbreite d_W , von 20 µm als Extraktionsgitter ausgewählt. Bei gewebten Metallen weicht die mittlere Dicke des Gitters aufgrund der Webstellen jedoch stark von der Drahtstärke ab. Die mittlere Gewebedicke wurde mit einer Bügelmessschraube zu circa 33 µm gemessen.

Im Rahmen dieser Arbeit wurde das Laserschweißen dieser Wolfram-Gewebe an Gitterhalter erprobt. Beim Laserschweißen werden zwei metallische Körper lokal im Kontaktbereich durch einen Laserstrahl aufgeschmolzen und verbinden sich anschließend beim Abkühlen [214]. Die Wolfram-Gewebe wurden auf Kovarhaltern befestigt. Kovar ist der Handelsname von Legierungen aus Eisen, Nickel und Kobalt, welche aufgrund ihres ähnlichen thermischen Ausdehnungskoeffizienten zu Wolfram als Haltermaterial geeignet sind [88]. Eine entsprechende Materialprobe wurde von der Firma Auerhammer Metallwerk dankenswerterweise frei zur Verfügung gestellt. Die Feinmechanik-Werkstatt am Fachbereich etit der Technischen Universität Darmstadt wurde anschließend damit beauftragt, entsprechend eines auf den Bauraum und die Kathoden angepassten, in Abbildung 6.10 (a) gezeigten Designs Gitterhalter aus dem Kovar-Blech zu fräsen, wovon einer exemplarisch in Abbildung 6.10 (b) zu sehen ist. Die Tiefe der an dem Halter für das Gewebe vorgesehenen Aussparung beträgt 50 µm. Das Gewebe wurde von der Feinmechanik-Werkstatt durch Laserschneiden in eine ebenfalls vorgegebene Form geschnitten und anschließend mittels Laserschweißen auf den Haltern befestigt. Ein auf diese Weise präpariertes Extraktionsgitter ist in Abbildung 6.10 (c) zu sehen.

Um das Extraktionsgitter in einem gewissen Abstand d_{CE} zur FE-Kathode zu positionieren und gleichzeitig das Gitter und die FE-Kathode elektrisch voneinander isolieren zu können, wurde ein Abstandshalter benötigt. Dieser lässt sich beispielsweise durch eine auf Gitter oder FE-Kathode integrierte Struktur oder als separates Bauteil realisieren. Eine nachträgliche Beschichtung der Kathode fällt aufgrund der Fragilität der metallischen Nanokonzen aus. Eine vorherige Beschichtung des Substrats ist in dieser Dicke ebenfalls nicht wünschenswert, da dies während der galvanischen Abscheidung entlang der durch die Beschichtung

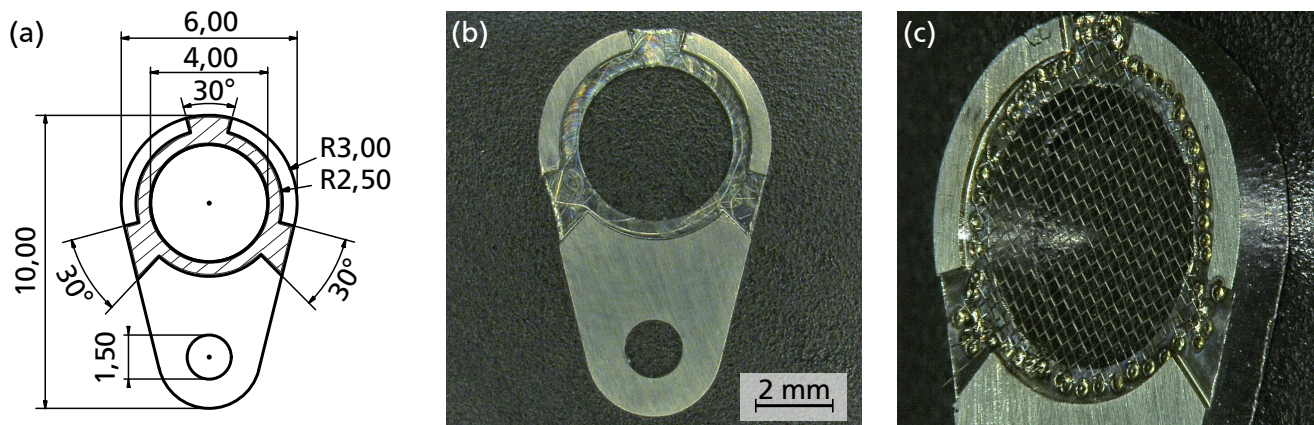


Abbildung 6.10.: Mikroskopische Aufnahmen der Kovarhalter und damit mittels Laserschweißen verbundenen Wolfram-Gewebe. (a) Skizze mit Bemaßung des Kovarhalters. Der Durchmesser der für die Elektronenextraktion zur Verfügung stehenden Kreisfläche beträgt 4 mm. Der schraffierte Bereich entspricht der Aussparung für das Wolfram-Gewebe. (b) Kovarhalter ohne Wolfram-Gewebe. (c) Schräge Ansicht auf einen beispielhaften Kovarhalter mit daran geschweißtem Wolfram-Gewebe.

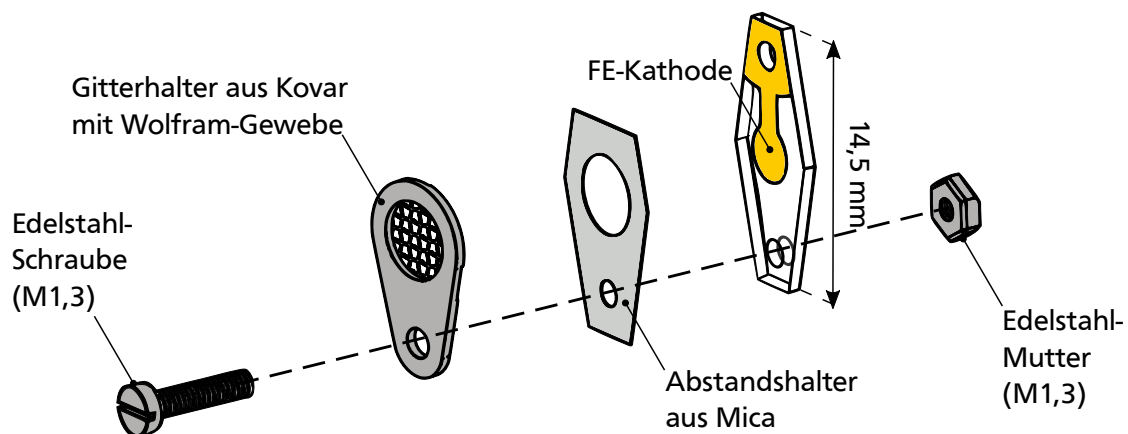
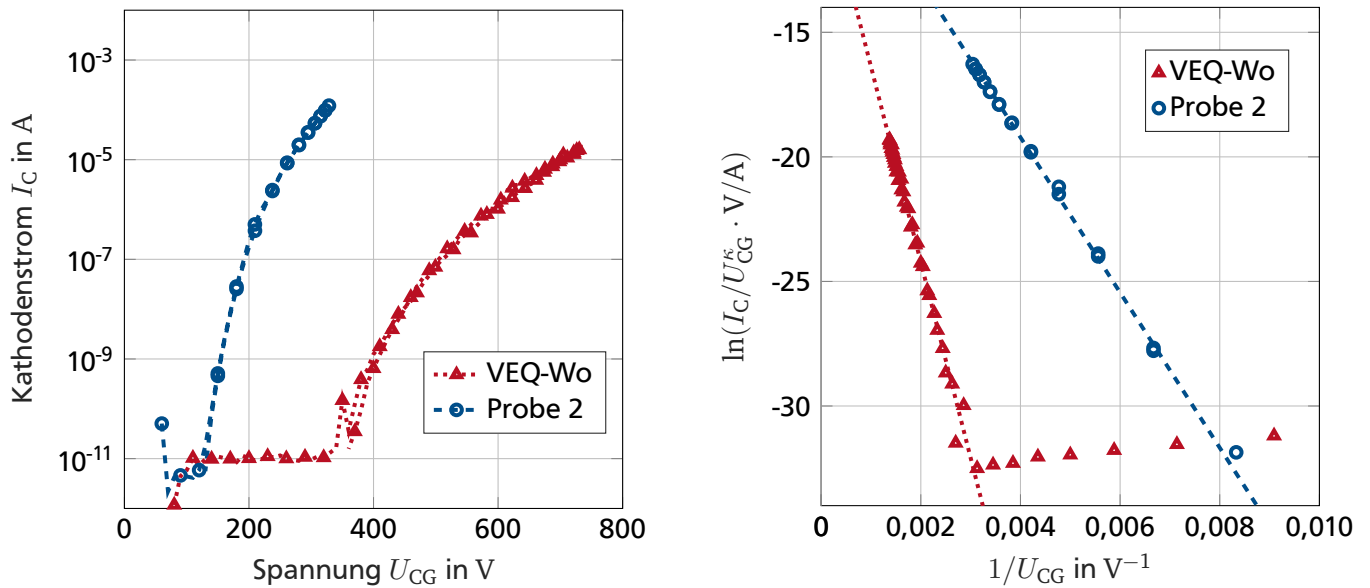


Abbildung 6.11.: Schematische Darstellung einer miniaturisierten Vakuumelektronenquelle mit Kathoden mit metallischen Nanokonen und einem Wolfram-Gewebe in Explosionsansicht. Das Wolfram-Gewebe ist auf einem Halter aus Kovar mittels Laserschweißen befestigt. Die Bauteile werden mit einer M1,3-Edelstahlschraube und einer passenden Mutter kraftschlüssig verbunden.

entstehenden Stufen Hohlräume unterhalb der Polymermembran erzeugen würde. Ein solcher Hohlraum würde sich während der galvanischen Abscheidung mit Metall füllen und die darauf entstehenden Konen wären nicht mehr in einer planen Ebene. Somit gilt es entweder den Abstandshalter mit dem Gitter zu verbinden oder als separates Bauteil zu realisieren. Neben der Herstellung von isolierenden Schichten mithilfe von Beschichtungsverfahren besteht die Möglichkeit dünne isolierende Folien oder Platten aus Keramiken wie Mica, auch bekannt als Glimmer, oder Aluminiumoxid zu strukturieren. Aufgrund der Vorerfahrungen mit dem Material wurde aus Mica ein der Geometrie angepasster Abstandshalter hergestellt. Dazu wurden mit dem in der Feinmechanik-Werkstatt zur Verfügung stehenden Laser (Nd:YAG, 1064 nm, 0,2 ms Pulsdauer, 300 Hz Pulsfrequenz, 200 W mittlere Leistung) Mica-Plättchen mit einer nominalen Dicke von 50 µm in Form geschnitten. In Abbildung 6.11 ist der Aufbau der Vakuumelektronenquellen mit



(a) Kathodenstrom I_C in Abhängigkeit von der Spannung U_{CG} .

(b) Darstellung der Messergebnisse als MG-Plot inklusive linearen Fits.

Abbildung 6.12.: Präsentation der Resultate von Feldemissionsmessungen der Vakuumelektronenquelle mit dem Wolfram-Gewebe (VEQ-Wo) im Vergleich zur Probe 2 der in Kapitel 6.2 gezeigten Messungen. (a) Darstellung in halblogarithmischer Darstellung des Kathodenstroms I_C , welcher dem Gesamtemissionsstrom i_M entspricht, in Abhängigkeit von der angelegten Spannung U_{CG} zwischen Kathode und Extraktionsgitter. (b) Darstellung der Messdaten im MG-Plot zur Datenanalyse.

diesen Abstandshaltern und den auf Kovar-Haltern angebrachten Wolfram-Gewebe schematisch dargestellt. Zur Evaluation der Vakuumelektronenquellen wurden ebenfalls Feldemissionsuntersuchungen an der OTH Regensburg durchgeführt. Die Messergebnisse nach der üblichen vorherigen Konditionierung sind in Abbildung 6.12 im direkten Vergleich zu den Ergebnissen von Probe 2 aus Kapitel 6.2 dargestellt.

Wie zu sehen ist, benötigt die Vakuumelektronenquelle (VEQ-Wo) eine deutlich höhere Spannung U_{CG} zum Erreichen vergleichbarer Ströme I_C als Probe (2). Auch hinsichtlich der in Kapitel 3.2 formulierten Anforderungen an die Vakuumelektronenquellen lässt sich feststellen, dass zu hohe Spannungen für die Emission von Strömen im μA -Bereich benötigt werden. Gleichzeitig ist dem MG-Plot zu entnehmen, dass der charakteristische Feldverstärkungsfaktoren $\gamma_C^{(Wo)} \approx 740$ der FE-Kathode in der Vakuumelektronenquelle deutlich geringer ist als bei Probe 2 ($\gamma_C^{(2)} \approx 1160$).

Eine genauere Untersuchung der Bauteile nach den Messungen legte mehrere Gründe dafür offen. Die höheren benötigten Spannungen sind unter anderem auf den erhöhten Abstand zwischen FE-Kathode und Extraktionsgitter zurückzuführen. Die genaue Lage des Wolfram-Gewebes in Bezug auf den Kovarhalter ließ sich nicht exakt messtechnisch bestimmen, jedoch liegt das in einer Vertiefung von $50 \mu m$ angeschweißte Gewebe auf nahezu gleicher Höhe wie die Kontaktseite der Halter. Eine Dickenmessung mit einer Bügelmessschraube zeigte, dass der Abstandshalter mit $80 \mu m$ eine deutliche größere Dicke aufwies als vom Hersteller mit $50 \mu m$ angegeben. Die Dicke der unbehandelten Mica-Plättchen wurde im Targetlabor des Instituts für Kern- und Plasmaphysik (IKP) mithilfe zweier sich gegenüberstehenden chromatisch-konfokalen Sensoren von der Firma Precitec messtechnisch bestimmt. Dabei zeigen sich große Schwankungen in den Plättchendicken, die ein Sortieren der unbehandelten Plättchen entsprechend ihrer

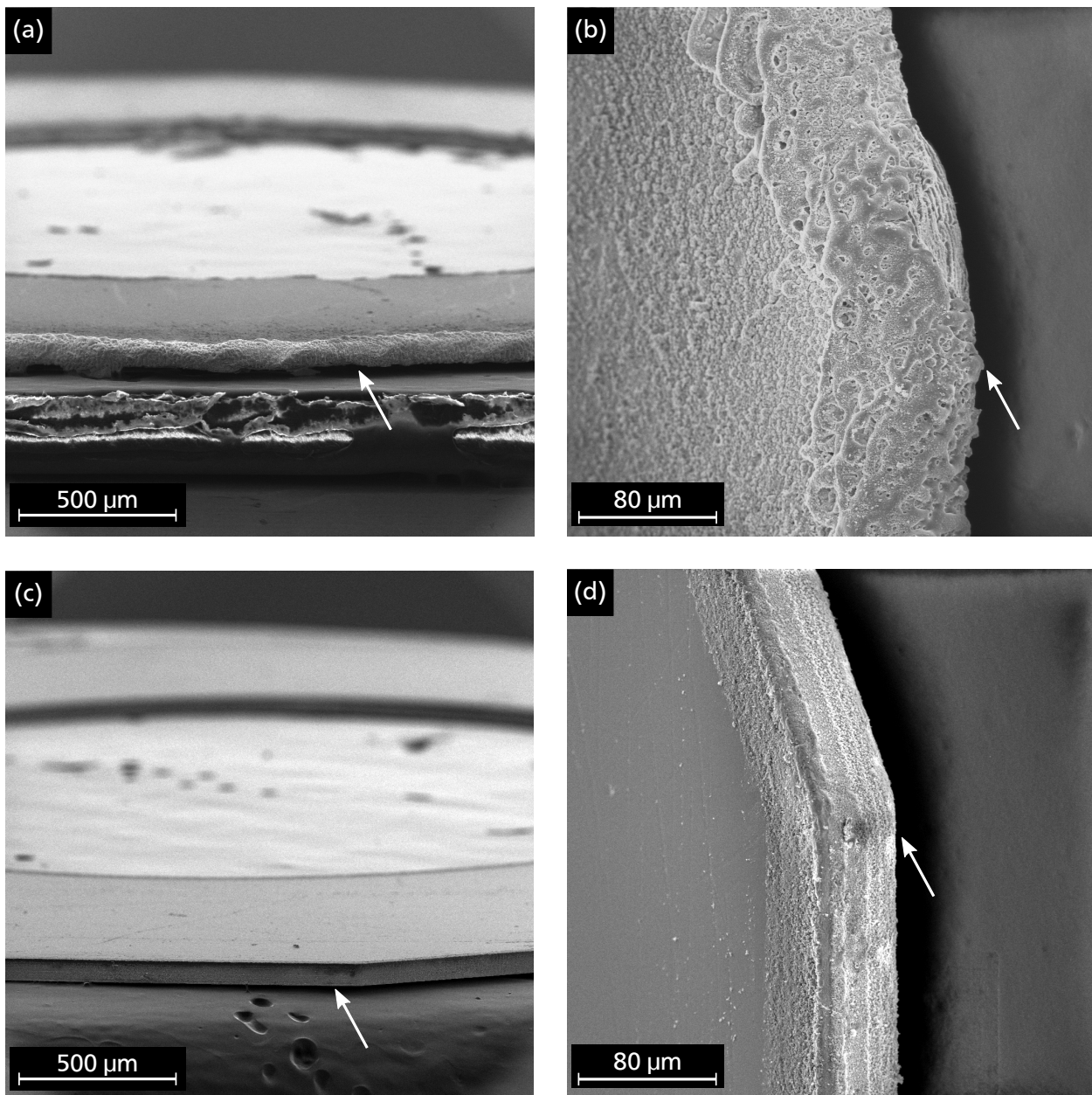


Abbildung 6.13.: Übersicht über die mit Pfeilen angezeigten Schnittkante an einem Abstandshalter aus Mica durch Laserschneiden mit unterschiedlichen Lasern. (a) Grat durch einen Laser mit Pulsdauern im Millisekundenbereich (Nd:YAG, 1064 nm, 0,2 ms Pulsdauer, 300 Hz Pulsfrequenz, 200 W mittlere Leistung). (b) Grat durch einen Laser mit Pulsdauern im Femtosekundenbereich (Ti:Sa, 800 nm, 100 fs Pulsdauer, 5 kHz Pulsfrequenz, 1 W mittlere Leistung).

Dicke vor einer Weiterverarbeitung notwendig machten. Nähere Details zum Messverfahren sind in Anhang A.9 hinterlegt. Weiterhin wurde das Mica-Plättchen entlang der Schnittkante aufgeschmolzen und es entstanden auf diese Weise unerwünschte Grate, wie in Abbildung 6.13 (a) und (b) zu sehen ist.

Dies ist vor allem auf die Pulsdauer des Nd:YAG-Lasers und deren Wirkweise mit dem Material zurückzuführen. Für eine nahezu rückstandsfreie Ablation des Materials entlang der Schnittkante wurde anschließend

die Verwendung eines Lasers mit Pulslängen im Femtosekundenbereich (10^{-15} s) erprobt. Mit dem im Targetlabor am IKP zur Verfügung stehenden Laser (Ti:Sa, 800 nm, 100 fs Pulsdauer, 5 kHz Pulsfrequenz, 1 W mittlere Leistung) konnte eine deutlich höhere Maßhaltigkeit erreicht werden, was in Abbildung 6.13 (c) und (d) verdeutlicht wird.

Zudem wurden anschließend die in Kapitel 5.2 gezeigten Simulationen zu elektrischen Feldern an Extraktionsgittern durchgeführt. Das Wolfram-Gewebe mit $80\text{ }\mu\text{m}$ liegt näher an der FE-Kathode als durch die in Gleichung (5.26) gegebene Faustformel empfohlen. Bei einer Maschenweite von $170\text{ }\mu\text{m}$ wäre ein Abstand von $255\text{ }\mu\text{m}$ notwendig, damit die durch das Gitter erzeugten Feldinhomogenitäten an den Emitterspitzen vernachlässigbar sind. Daraus lässt sich folgern, dass das in diesem Falle vom Wolfram-Gewebe erzeugte elektrische Feld stark inhomogen ist und wahrscheinlich nicht an allen Emitterspitzen zur Feldemission ausreichende Feldstärken vorliegen. Dies kann ein Grund für den geringen charakteristischen Feldverstärkungsfaktor der Konen in der Vakuumelektronenquelle sein, wenn an besonders spitzen Konen gar nicht ausreichende Feldstärken anliegen.

Allgemein lässt sich aus den Simulationsergebnissen schlussfolgern, dass es das Ziel ist, bei maximaler optischer Transparenz gleichzeitig möglichst geringe Stegbreiten zu erreichen, damit der Abstand vom Gitter zu den Emittern minimiert und das angelegte elektrische Feld somit maximiert werden kann. Folglich sind Metallgewebe in diesem Fall nur bedingt geeignet, da ihre Maschenweiten mit typischerweise mindestens $100\text{ }\mu\text{m}$ nicht den Anforderungen entspricht. Mithilfe der in Gleichung (5.26) vorgestellten Faustformel lassen sich die gewünschte Gitterperiodizität und -stegbreite ableiten. Bei einer Emitterhöhe h von circa $24\text{ }\mu\text{m}$ und einem Abstand d_{CE} von maximal der zweifachen Emitterhöhe h folgt gemäß Gleichung (5.26) eine maximal erlaubte Gitterperiodizität von circa $16\text{ }\mu\text{m}$. Um damit Gittertransparenzen τ von über 50 % zu erreichen, dürfen die Gitterstege maximal $4\text{ }\mu\text{m}$ betragen. Folglich muss ein anderes Gitter gewählt werden.

Aufbauend auf diesen Erkenntnissen wurden die Vakuumelektronenquellen überarbeitet, was Gegenstand des nächsten Abschnitts ist.

6.3.2. Vakuumelektronenquellen mit Siliziumnitrid-Gittern

Die Wahl des Herstellungsverfahrens eines Extraktionsgitters bestimmt die erreichbaren Gittergeometrien maßgeblich. In der Literatur lassen sich neben feinwerktechnisch gefertigten auch photolithografisch erzeugte Mikrogritter finden [89, 127, 140]. Dabei ist die Grundlage eine photolithografisch strukturierte Lackschicht, welche sich entweder als Galvanoform oder als Ätzmaskierung nutzen lässt. Bei photolithografisch hergestellten Strukturen ist die mögliche Grenze für Gitterstege durch die optische Auflösungsgrenze begrenzt, welche bei UV-Belichtung im Bereich von $1\text{ }\mu\text{m}$ bis $5\text{ }\mu\text{m}$ liegt.

Mit dem im Reinraum zur Verfügung stehenden Belichter waren nur Strukturen mit Größen um $10\text{ }\mu\text{m}$ erreichbar, womit ebenfalls keine ausreichend kleinen Stegbreiten erreicht werden können. Mithilfe eines Belichters, welcher das sogenannte Direct Laser Writing (DLW), also der Belichtung durch einen Laser, verwendet und dankenswerterweise vom Detektorlabor des GSI Helmholtzzentrums zur Verfügung gestellt wurde, konnten entsprechend kleine Gitterstrukturen in einer Photolackschicht erreichen. Es wurden testweise quadratische Gitterstrukturen mit einer Stegbreite von $4\text{ }\mu\text{m}$ und einer Gitterperiodizität von $20\text{ }\mu\text{m}$ prozessiert. Jedoch schlug bislang die Übertragung dieser Strukturen auf funktionelle Schichten fehl, d.h. die galvanische Abformung beziehungsweise Nutzung als Ätzmaskierung. Details zu den jeweiligen Prozessschwierigkeiten sind im Anhang A.8 zu finden. So gelang es noch nicht bis zur Abgabe dieser Arbeit in Eigenarbeit hergestellte, photolithografisch gefertigte Gitter in Vakuumelektronenquellen einzubauen.

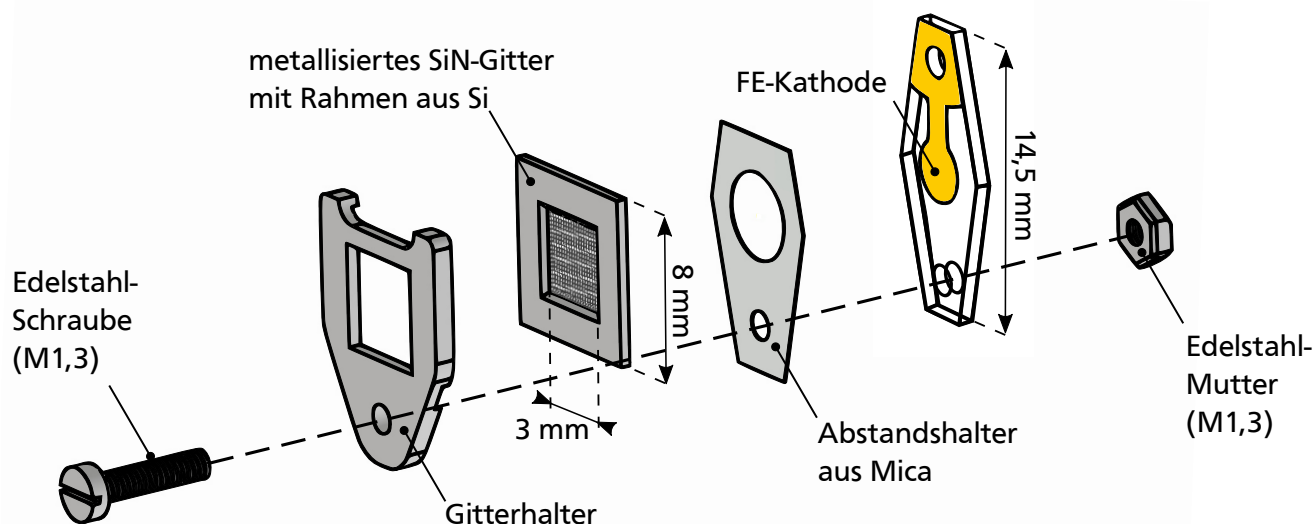


Abbildung 6.14.: Schematische Darstellung einer miniaturisierten Vakuumelektronenquelle basierend auf metallischen Nanokonen in Explosionsansicht. Der Kathodenchip, der Abstandshalter und das Gitter werden mithilfe eines Gitterhalters aus Edelstahl, sowie einer M1,3-Edelstahlschraube und einer passenden Mutter kraftschlüssig verbunden.

Jedoch konnten für erste Feldemissionsmessungen Gitter mit einer metallisierten SiN-Membran verwendet werden, welche dankenswerterweise von der Arbeitsgruppe von Prof. Schreiner zur Verfügung gestellt wurden. Diese haben eine Gitterperiodizität von circa $7\text{ }\mu\text{m}$ und eine Stegbreite von $2,5\text{ }\mu\text{m}$, siehe Abbildung 6.15 (b). Die Transparenz liegt damit zwar bei 40%, jedoch ist damit sichergestellt, dass die durch das Gitter erzeugten Feldinhomogenitäten aufgrund der geringen Gitterperiodizität vernachlässigbar sind.

Für die Vakuumelektronenquellen wurden die überarbeiteten Abstandshalter aus Mica, welche, wie im Abschnitt 6.3.1 beschrieben, hinsichtlich ihrer Dicke vorsortiert und mit dem Ti:Sa-Laser im Detektorlabor am IKP strukturiert wurden. Die verwendeten Plättchen hatten eine Dicke von $(50 \pm 1)\text{ }\mu\text{m}$. Das Gitter liegt direkt auf dem Abstandshalter auf, so dass der Abstand d_{CE} zur FE-Kathode durch die Dicke des Abstandshalters definiert ist. Zur Verbindung der Bauteile wurden Schrauben und Muttern aus UHV-tauglichem Edelstahl mit der Werkstoffbezeichnung 1.4306 bzw. X2CrNi19-11 verwendet. Zudem wurde ein Gitterhalter aus dem gleichen Material gefertigt, um das Gitter zu positionieren und alle Komponenten somit kraftschlüssig miteinander verbinden zu können. Es wurde eine FE-Kathode aus der gleichen Charge wie bei VEQ-Wo verwendet, so dass insbesondere die Geometrien der Konen als identisch anzusehen sind. Der Aufbau der Vakuumelektronenquellen ist in Abbildung 6.14 schematisch dargestellt. Ein Foto der montierten Vakuumelektronenquelle mit einer Detailaufnahme eines Extraktionsgitters ist in Abbildung 6.15 zu sehen.

Zur Evaluation der Vakuumelektronenquellen wurden ebenfalls Feldemissionsuntersuchungen an der OTH Regensburg durchgeführt. In Abbildung 6.16 sind Messergebnisse nach der üblichen Konditionierung im direkten Vergleich zur Vakuumelektronenquelle VEQ-Wo und Probe 2 dargestellt.

Aus Abbildung 6.16 geht eine eindeutige Verbesserung der Feldemissionseigenschaften nach der Überarbeitung hervor. So emittiert die überarbeitete Vakuumelektronenquelle VEQ-SiN einen Kathodenstrom C von $10\text{ }\mu\text{A}$ bereits bei einer angelegten Spannung U_{CG} von 530 V , während dies vorher bei 700 V der Fall war. Dennoch ist dies immer noch weit von den 270 V entfernt, die bei Probe (2) für einen entsprechenden

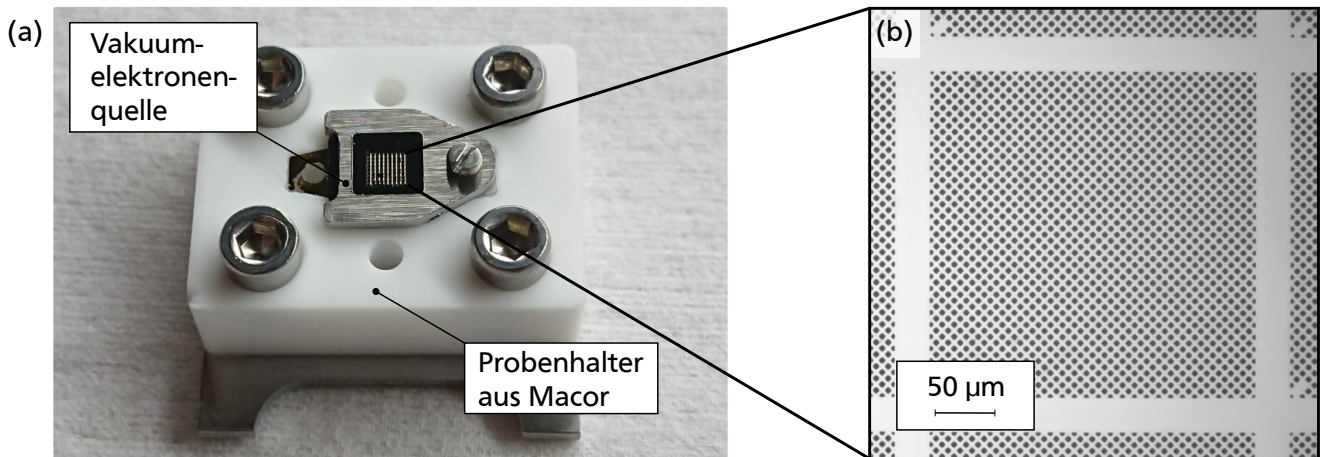
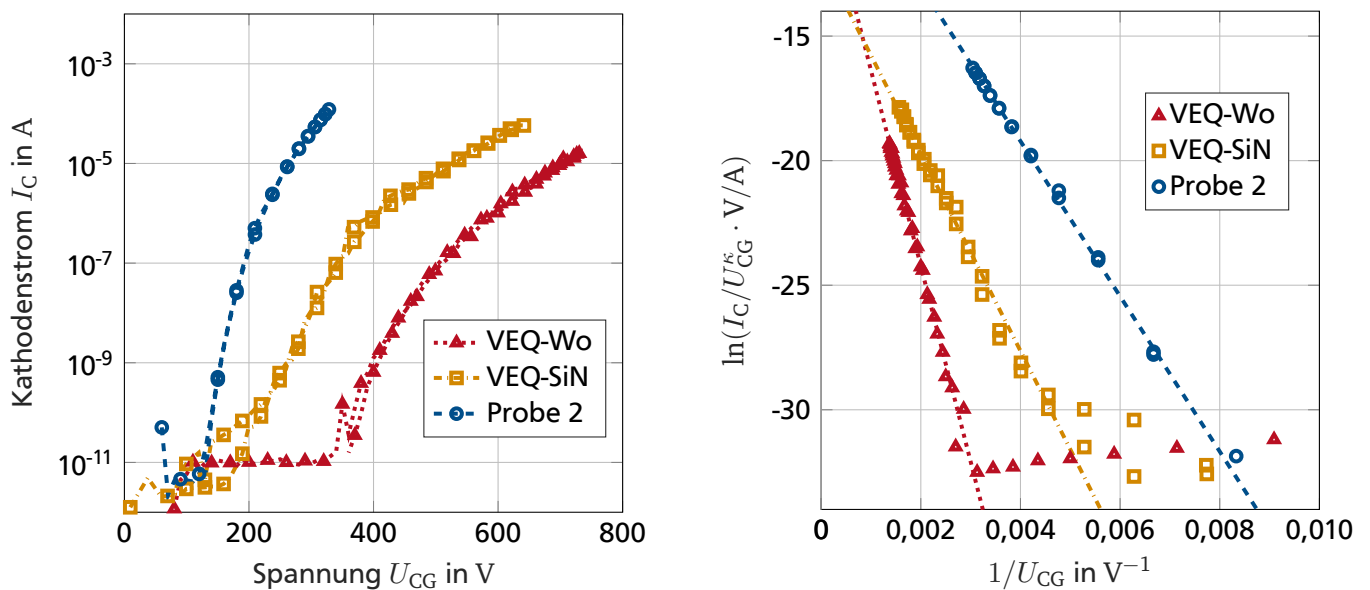


Abbildung 6.15.: Aufnahme der montierten Vakuumelektronenquelle (a) und Detailaufnahme des Extraktionsgitters (b). Die Vakuumelektronenquelle ist in einem Probenhalter aus Macor eingebaut, welcher eigens für die Messungen am Versuchsaufbau an der OTH Regensburg entworfen wurde. Der Autor dankt Robert Ławrowski herzlich für die Zurverfügungstellung der Detailansicht des Gitters.



(a) Kathodenstrom I_C in Abhängigkeit von der Spannung U_{CG} .

(b) Darstellung der Messergebnisse als MG-Plot inklusive linearen Fits.

Abbildung 6.16.: Präsentation der Resultate von Feldemissionsmessungen der Vakuumelektronenquelle mit dem SiN-Gitter (VEQ-SiN) im Vergleich zur Vakuumelektronenquelle mit dem Wolfram-Gewebe (VEQ-Wo) und Probe 2 der in Kapitel 6.2 gezeigten Messungen. (a) Darstellung in halblogarithmischer Darstellung des Kathodenstroms I_C , welcher dem Gesamtemissionsstrom i_M entspricht, in Abhängigkeit von der angelegten Spannung U_{CG} zwischen Kathode und Extraktionsgitter. (b) Darstellung der Messdaten im MG-Plot zur Datenanalyse.

Kathodenstrom benötigt wurden. Bei allen bisherigen, mit metallischen Nanokonen hergestellten Vakuumelektronenquellen lag die Extraktionsspannung, welche für Kathodenströme im μA -Bereich notwendig

ist, deutlich oberhalb der üblichen Betriebsspannung von 100 bis 200 V bei Glühkathoden. Eine weitere Verringerung des Gitterabstands d_{CE} würde zwar die benötigte Extraktionsspannungen senken, jedoch auch die Gefahr eines Kurzschlusses zwischen Gitter und Kathode erhöhen.

Eine Analyse des MG-Plots zeigt außerdem, dass der charakteristische Feldverstärkungsfaktor der überarbeiteten Vakuumelektronenquelle VEQ-SiN mit $\gamma_C^{(SiN)} \approx 915$ deutlich höher liegt als der Feldverstärkungsfaktor der Vakuumelektronenquelle VEQ-Wo ($\gamma_C^{(Wo)} \approx 740$). Dieser Feldverstärkungsfaktor ist allerdings noch nicht so hoch wie der von Probe 2 ($\gamma_C^{(2)} \approx 1160$). Gleichzeitig lässt sich aus dem MG-Plot folgern, dass bei der Vermessung der VEQ-SiN weniger Konen an der Emission beteiligt waren als bei Probe 2. Der lineare Fit der Daten ergibt einen niedrigeren Ordinatenabschnitt $r_{MG,fit}$, welcher direkt proportional zu einer geringeren Gesamtemissionsfläche ist. Dies ist neben dem geringeren Feldverstärkungsfaktor eine zusätzliche Erklärung für die geringeren Emissionsströme der VEQ-SiN im Vergleich zur Probe 2. In Tabelle 6.2 sind die Unterschiede der Vakuumelektronenquellen hinsichtlich Geometrie und Feldemission zusammenfassend aufgelistet.

Nach der Konditionierung war vorgesehen, Stromstabilitätsmessungen bei Strömen im oberen μA -Bereich durchzuführen. Jedoch trat bereits zu Beginn der Messung ein Kurzschluss zwischen Kathode und Gitter auf, so dass die Messung abgebrochen werden musste. Eine nachträglich durchgeführte optische Prüfung der FE-Kathode deutet darauf hin, dass eine größere, nach dem Entfernen der Polymermembran an der Kathode verbliebene Überwachungen den Kurzschluss ausgelöst haben könnte.

Insgesamt lässt sich festhalten, dass die Optimierung erfolgreich war und die Verwendung dünnerer Abstandshalter und Gitter mit kleineren Gittergeometrien signifikant die Feldemissionseigenschaften der Vakuumelektronenquellen verbessern konnte. Die von den miniaturisierten Vakuumelektronenquellen emittierten Ströme sind aber gemäß den in Kapitel 3.2 gestellten Anforderungen noch nicht ausreichend. Daher ist eine weitere Optimierung notwendig, um die Vakuumelektronenquellen für Ionisationsmanometer im SIS100 einsetzen zu können. Bei der weiteren Optimierung muss daran gearbeitet werden, eine Verbesserung des Herstellungsprozesses zu erreichen. Dazu gehört es, Überwachungen auszuschließen und simultan eine gleichmäßige Konenhöhe sicherzustellen. Dies ist zwingend notwendig, um einen langzeitstabilen Betrieb der Vakuumelektronenquellen garantieren zu können. Zudem verbleibt die offene Fragestellung, warum bei der Vakuumelektronenquelle VEQ-SiN scheinbar deutlich weniger Konen an der Emission beteiligt waren als bei Probe 2.

Basierend auf den in dieser Arbeit erreichten Ergebnissen folgt ein Fazit und eine Diskussion der sich daraus ergebenden wissenschaftlichen Fragestellungen.

Tabelle 6.2.: Übersicht über die Eigenschaften der untersuchten Vakuumelektronenquellen sowohl hinsichtlich ihrer Geometrie als auch ihrer Feldemission.

Probe	Probe 2	VEQ-Wo	VEQ-SiN	Einheit, Anm.
nominale Emittierdichte ρ	$4 \cdot 10^5$	$1 \cdot 10^5$	$1 \cdot 10^5$	Emitter/cm ²
Basisradius r_b	1,80	1,50	1,50	μm
Gitterabstand d_{CE} zur Kathode	50	≈ 80	50	μm
onset field E_{on}	3,1	6,4	5,0	V/ μm
$U_{CG}(10 \mu A)$	270	700	530	V
Extrahierter charakteristischer FEF γ_C^{MG}	≈ 1160	≈ 740	≈ 915	

7. Fazit und weiterführende Forschungsfragen

Die vorliegende Arbeit hat die Eignung von metallischen Nanokonen in FE-basierten Vakuumelektronenquellen untersucht. Dabei lag der Fokus auf den Einsatz in Ionisationsmanometern für den Beschleunigerabschnitt SIS100 des FAIR.

Wie in Kapitel 3 ausgearbeitet wurde, stellt der Einsatz im SIS100 besondere Anforderungen an die FE-basierten Vakuumelektronenquellen. Die im Ionisationsmanometer eingebauten Elektronenquellen müssen einen Gesamtelektronenstrom von 0,1 mA bis 1 mA langzeitstabil liefern, d.h. über Betriebsdauern in einer Größenordnung von 10 000 h. Für eine bestmögliche Ionisation der im UHV verbliebenen Restgasteilchen wären Extraktionsspannungen U_{CG} von circa 200 V ideal.

Der eingehende Blick in den Stand der Technik zeigte, dass sich bisher kein Feldemittertyp besonders auszeichnet und universell einsetzbar ist. Generell mangelt es an Untersuchungen zur Stromstabilität über lange Betriebsdauern. Unter Berücksichtigung der kryogenen Umgebungstemperaturen im SIS100 sind großflächige Anordnungen, engl. large-area field emitter, kurz LAFE, aus CNTs und metallischen Feldemittern hinsichtlich ihrer Feldemissionseigenschaften für den Einsatz in den Vakuumelektronenquellen besonders interessant. Jedoch lagen bei metallischen Feldemittern noch zu wenig Voruntersuchungen vor, um eine differenzierte Aussage über ihre Eignung treffen zu können.

Um reproduzierbare Ergebnisse zu erzielen und somit qualitative Aussagen zu erlauben, wurde das ursprüngliche Herstellungsverfahren zur Integration metallischer Nanokonen [2] überarbeitet. Dazu gehörte insbesondere die Neuentwicklung einer Ätzanlage zur asymmetrischen Ätzung von Polymermembranen mit konischen Poren. Die nun zur Verfügung stehende, in Kapitel 4.1.3 vorgestellte Ätzanlage erlaubt die Anfertigung von Polymermembranen für standardmäßig in der Photolithografie verwendete runde 4-Zoll-Wafer. Die Ätzanlage garantiert durch die genaue Kontrolle der Ätzparameter eine höhere Reproduzierbarkeit im Vergleich zur vorherigen rein händischen Herstellung. Gleichzeitig ist der Prozess damit kosteneffizienter durchführbar, da nun nahezu die gesamte Fläche der 4-Zoll-Wafer mit Nanokonen bestückt werden kann. Zusätzlich wurde der ursprüngliche Herstellungsprozess durch eine Sauerstoff-Plasmaaktivierung erweitert, was die Benetzbarkeit der Polymermembranen während der galvanischen Abscheidung maßgeblich verbessert und ein homogeneres Konenwachstum mit sich bringt.

Weiterhin galt es herauszufinden, welche Poren- und damit Emitterdichte bei den gegebenen Porengeometrien für die Feldemission optimal ist. Da die Poren in den Polymermembranen zufällig verteilt sind, war dies eine besondere Herausforderung, da die Modellierung zufällig verteilter LAFE bisher kaum fortgeschritten ist. Das im Rahmen dieser Arbeit entwickelte, auf FEM-Simulationen basierende Modell von großflächigen, zufällig verteilten LAFE ermöglicht die Maximierung des Gesamtemissionsstromes durch eine Optimierung der Emitterdichte. Dabei ist die Betrachtung eines sogenannten „Referenzemitters“ grundsätzlich neu und bisher einzigartig. Mithilfe der FEM-Simulationen verschiedener Emitterverteilungen lässt sich die von den Nachbaremittern ausgehende Abschattung und dadurch resultierende Absenkung des Feldverstärkungsfaktors des Referenzemitters für einzelne Emitterdichte bestimmen. Es wird anschließend angenommen, dass der Referenzemitter die mittleren Feldemissionseigenschaften des LAFE repräsentiert

und aus dem Emissionsstrom des Referenzemitters der Gesamtemissionsstrom des LAFE berechnet werden kann. Unter Verwendung der Poisson-Punktprozess-Theorie lassen sich die Simulationsergebnisse auf beliebige Emitterdichten übertragen. Jedoch vernachlässigt dieses elektrostatische Modell einige Aspekte. So werden Randeffekte, welche bei LAFE endlicher Größe auftreten, ebenso wie stark emittierende Emitter, welche durch zufälligerweise lokal geringere Emitterverteilung einen erheblichen Beitrag zum Gesamtemissionsstrom leisten können, nicht berücksichtigt. Ein Ansatz zur Implementierung der Randeffekte ist in Anhang A.6 hinterlegt. Trotz dieser Vereinfachungen erlaubt dieses Modell eine erste fundierte Vorhersage für die optimale Emitterdichte. Das Modell kann für prinzipiell beliebige Emittergeometrien adaptiert werden und ist somit in diesem Bereich nahezu universell für andere Wissenschaftlerinnen und Wissenschaftler anwendbar.

Neben der Modellierung wurden ausführliche Feldemissionsmessungen mit LAFE verschiedener Emitterdichten durchgeführt und in Kapitel 6 präsentiert. Die Messungen wurden bei Raumtemperatur und einem Druck von 10^{-9} mbar mit einem Versuchsaufbau an der OTH Regensburg durchgeführt. Die Vermessung einer FE-Kathode mit einer Emitterdichte $4 \cdot 10^5$ Emitter/cm² stellt unter Beweis, dass mit metallischen Nanokonen, welche mit dem in Kapitel 4 gezeigten Verfahren hergestellt wurden, stabile Kathodenströme im Bereich von ungefähr 30 µA bei Spannungen von circa 290 V möglich sind. Oberhalb von 100 µA konnte jedoch ein Absinken des Kathodenstromes aufgrund der durch Restgasteilchen bedingten Degradation der Emitterspitzen beobachtet werden. Insgesamt sind die Ergebnisse vielversprechend, dass durch den parallelen Betrieb mehrerer Vakuumelektronenquellen mit diesem Typ Feldemitter die Anforderungen hinsichtlich der erreichbaren stabilen Emissionsströme erreicht werden können.

Basierend auf diesen Messungen wurden miniaturisierte Vakuumelektronenquellen mittels Schraubverbindungen angefertigt, welche auf den in einem Ionisationsmanometer vom Typ Leybold IE514 zur Verfügung stehende Bauraum angepasst waren. Dabei zeigt sich, dass die Wahl des Extraktionsgitters und dessen Geometrien mit besonderer Vorsicht durchzuführen sind, um Extraktionsströme im µA-Bereich zu erreichen und gleichzeitig Kurzschlüsse zwischen Gitter und Kathode zu vermeiden. Bei ersten Vakuumelektronenquellen mit Wolfram-Gewebe als Gitter waren Spannungen von circa 700 V für Kathodenströme dieser Größenordnung notwendig. Nachfolgend durchgeführte und in Kapitel 5.2 präsentierte FEM-Simulationen offenbaren, dass die Feldschwankungen und -inhomogenitäten aufgrund der Gittergeometrie einen großen Einfluss auf die Feldemission der Emitter haben können. Anstatt der grobmaschigen Gewebe empfiehlt sich die Verwendung mikrotechnisch gefertigter Gitter mit möglichst hohen Transparenzen bei gleichzeitig möglichst geringen Gittergeometrien, d.h. Gitterperiodizitäten und Stegbreiten. Zudem zeigte sich, dass die Positionierung des Gitters ebenfalls mit großer Sorgfalt durchzuführen ist. Durch die überarbeitete Fertigung der Abstandshalter aus Mica ließ sich eine auf einen Mikrometer genaue Positionierung des Gitters erreichen. Nachfolgende Vermessungen von Vakuumelektronenquellen mit metallisierten Silizium-nitridgittern, welche von der Arbeitsgruppe von Prof. Schreiner an der OTH Regensburg zur Verfügung gestellt wurden, zeigten eine deutliche Verbesserung der Feldemissionseigenschaften. So konnte die für die Extraktion von Kathodenströmen im µA-Bereich benötigte Extraktionsspannung um circa 170 V gesenkt werden. Anschließend auftretende Kurzschlüsse zwischen Kathode und Gitter sind allerdings auf der Kathode von der galvanischen Abscheidung verbliebene Überwachungen zurückzuführen, so dass keine Stromstabilitätsmessungen im µA-Bereich durchgeführt werden konnten.

Um die Vakuumelektronenquellen weiter zu verbessern, sind noch die folgenden Schritte durchzuführen. So sollte durch die Verwendung von passenden Extraktionsgittern, d.h. mit optischen Transparenzen von mehr als 50% bei gleichzeitig hinreichend kleinen Gittergeometrien zur Minimierung der Feldinhomogenitäten, ebenfalls stabile Extraktionsströme in der Größenordnung von bis zu 100 µA erreichbar sein. Die Stromstabilität baut darauf, dass an möglichst viele Nanokonen die gleichen elektrischen Felder anliegen und die Gitter nicht zusätzlich die individuelle Feldverstärkung beeinflussen. Gleichzeitig ermöglicht die

parallele Montage mehrerer Vakuumelektronenquellen das Erreichen von Elektronenströmen oberhalb von $100\text{ }\mu\text{A}$ zur Ionisation von Restgasteilchen. Generell gilt zu beachten, dass keine Überwachungen mehr auf der Kathode vorhanden sein dürfen, da dies der wahrscheinliche Grund für Kurzschlüsse zwischen Kathode und Gitter ist.

Im Rahmen dieser Arbeit ist noch keine Erforschung der Elektronenquellen in kryogenen Vakuumsystemen durchgeführt worden. Angesichts der vielversprechenden Resultate von Lotz über die Langzeitstabilität in kalten Umgebungen, wäre eine ähnlich gute Stromstabilität auch bei den metallischen Nanokonen zu erwarten [19]. Mit einem vollständig bestückten Ionisationsmanometer ließe sich die Untergrenze des Messbereiches und die Kennlinien zwischen Elektronenstrom, Ionenstrom und Druck bestimmen, welche für einen Einsatz im SIS100 essentiell wären. Außerdem müsste das Verhalten der Feldemitter unter Druckänderungen betrachtet werden, um später Vakuumlecks aus den Stromkurven herauslesen zu können.

Weiterhin ist die Temperaturstabilität der metallischen Konen und deren Auswirkungen auf die Feldemission noch unerforscht. Für die Anwendung stellt sich insbesondere die Frage, ob und wie sich Ausheizvorgänge des Vakuumsystems auf die Feldemission auswirken. Es wäre einerseits eine Verschlechterung der Feldemissionscharakteristika aufgrund der Rayleigh-Instabilität und damit einhergehenden Verringerung der Emitterspitzen denkbar. Andererseits wäre auch eine Verbesserung der Langzeitstabilität möglich, da aufgrund von weniger, im Raum zwischen Extraktionsgitter und FE-Kathode befindlichen Restgasteilchen ein geringeres Absputtern der Emitterspitzen zu erwarten wäre. Aufschlussreich wäre in dem Zuge die Vermessung entsprechender LAFE mit einem Fluoreszenzmessplatz, wie beispielsweise von Popov et al. jüngst in einer Publikation vorgestellt [215]. Mit einem solchen Aufbau ist sowohl die Bestimmung des Emissionsstromes des gesamten LAFE als auch die Position und Stärke einzelner Emitter möglich. Dies würde eine quantitative Aussage über die Homogenität der Feldemittereigenschaften im LAFE und die Veränderung der Emission im Langzeitbetrieb oder auch nach einem Ausheizvorgang zulassen.

Das Absputtern der Emitterspitzen durch Restgasionen ist ein typisches Problem, welches den Einsatz von Feldemittern zur Messung von Hochvakua bisher verhindert hat. Um eine Vakuummessung in solchen Drücken zu ermöglichen, wäre die Verwendung eines hybriden Ionisationsmanometers überlegenswert. Dabei könnte durch Betrieb einer Glühkathode bei Hochvakuumdrücken, also oberhalb von 10^{-7} mbar, und einer FE-basierten Vakuumelektronenquelle bei UHV-Drücken die zur Ionisation benötigten Elektronen zur Verfügung gestellt werden.

Weiterhin lässt sich das in Kapitel 6.3 beschriebene Verbindungsverfahren des anodischen Bondens erproben. Dieses verspricht durch die Direktintegration des Gitters einen geringen Bauraum als die bisherigen Vakuumelektronenquellen mit Schraubverbindung.

Die Modellierung von LAFE ist aktuell ein Thema von hohem Interesse zur Verbesserung der Feldemittertheorie, was die jüngst sprunghaft angestiegene Zahl der Veröffentlichungen in diesem Bereich zeigt [9, 67, 211, 216, 217]. Dabei war bisher die Wahl zwischen numerischen Verfahren wie beispielsweise Simulationen mit Finite-Elemente-Methoden und analytischen Verfahren wie Linienladungsmodellen zu treffen. Mit numerischen Methoden lässt aufgrund des rapide steigenden Rechenaufwands nur eine vergleichsweise kleine Zahl an Emitttern modellieren, wohingegen bei analytischen Verfahren gerade für Emitterabstände unterhalb der Emitterhöhe, also einem spacing s von 1, der Fehler der vorhergesagten Feldverstärkungsfaktoren stark ansteigt [211]. In einer Publikation wurde jüngst von Biswas et al. ein Modell vorgestellt, welches Linienladungsmodelle und FEM-Simulationen für eine Modellierung geordneter LAFE miteinander verbindet, um die Vorteile beider Modellierungsansätze zu verbinden und bessere Aussagen zur Feldemission treffen zu können [216]. Dieser Ansatz könnte auch in Kürze für zufällig

angeordnete LAFE zur Verfügung stehen. LAFE mit zufällig oder auch gleichmäßig angeordneten metallischen Nanokonen bieten diesbezüglich eine interessante Möglichkeit zur experimentellen Evaluation von theoretischen Modellen, da sie einerseits im Vergleich zu nicht-metallischen Feldemittern wie Halbleitern oder CNTs einfacher hinsichtlich der quantenmechanischen Beschreibung zu handhaben sind und sich andererseits die Einzelemitter hinsichtlich ihrer geometrischen Struktur deutlich ähnlicher sind. Gleichzeitig sind LAFE mit Nanokonen aus weiteren Metallen wie zum Beispiel Kupfer, Nickel oder Platin ohne weiteres realisierbar und somit ebenfalls für die Evaluation entsprechender Modelle verfügbar, um unterschiedliche Austrittsarbeiten mit einzubeziehen.

In dieser Arbeit wurden wichtige Schritte zur Realisierung von Vakuumelektronenquellen mit metallischen Nanokonen vorangetrieben und wertvolle Beiträge zur aktuellen Forschung im Bereich der LAFE geleistet. Das Ziel, den Anforderungen entsprechende Quellen herzustellen, ist mit den Ergebnissen und Erkenntnissen dieser Arbeit als realistisch zu betrachten.

Literaturverzeichnis

Eigene Veröffentlichungen

- [1] C. Nakic, J. Bieker, D. Lämmle, T. Winterstein, H. F. Schlaak, G. Schaumann und T. Abel. „Development of an electrothermal micro positioning platform for laser targets with two degrees of freedom“. In: *2016 International Conference on Manipulation, Automation and Robotics at Small Scales (MARSS)*. Juli 2016, S. 1–5. DOI: 10.1109/MARSS.2016.7561700.
 - [2] F. Roustaie, J. Bieker, R. Cicek und H. F. Schlaak. „Novel fabrication method for integration of template grown metallic nanocones with controllable tip diameter and apex angle“. In: *Microelectronic Engineering* 180. Supplement C (Aug. 2017), S. 81–85. ISSN: 0167-9317. DOI: 10.1016/j.mee.2017.06.003.
 - [3] J. Bieker, F. Roustaie, H. F. Schlaak, C. Langer und R. Schreiner. „Field emission characterization of in-situ deposited metallic nanocones“. In: *2017 30th International Vacuum Nanoelectronics Conference (IVNC)*. ISSN: 2380-6311. Juli 2017, S. 120–121. DOI: 10.1109/IVNC.2017.8051571.
 - [4] J. Bieker, F. Roustaie, C. Langer, R. Schreiner und H. F. Schlaak. „Innovatives Verfahren zur Herstellung und Integration metallischer Nanokonzen für die Feldemission“. de. In: *Proceedings - Mikrosystemtechnik Kongress 2017*. Meeting Name: MikroSystemTechnik Kongress 2017. München, Unterschleißheim, Deutschland: VDE Verlag, Okt. 2017, S. 797–800.
 - [5] J. Bieker, F. Roustaie, H. F. Schlaak, C. Langer, R. Schreiner, M. Lotz und S. Wilfert. „Field emission characterization of in situ deposited gold nanocones with variable cone densities“. In: *Journal of Vacuum Science & Technology B, Nanotechnology and Microelectronics: Materials, Processing, Measurement, and Phenomena* 36.2 (Jan. 2018), S. 02C105. ISSN: 2166-2746. DOI: 10.1116/1.5009504.
 - [6] J. Bieker, B. Christa und H. F. Schlaak. „Simulation-based optimization of emitter density for randomly distributed field emitters“. In: *2018 31st International Vacuum Nanoelectronics Conference (IVNC)*. ISSN: 2380-6311. Juli 2018, S. 1–2. DOI: 10.1109/IVNC.2018.8520224.
 - [7] H. Choe, J. Bieker, N. Zhang, A. M. Glazer, P. A. Thomas und S. Gorfman. „Monoclinic distortion, polarization rotation and piezoelectricity in the ferroelectric Na_{0.5}Bi_{0.5}TiO₃“. en. In: *IUCrJ* 5.4 (Juli 2018). Number: 4, S. 417–427. ISSN: 2052-2525. DOI: 10.1107/S2052252518006784.
 - [8] H. F. Schlaak, K. Wick, M. El Khoury, J. Bieker und S. Quednau. „Anwendungen ionenspur-geätzter Polymermembranen in der Mikro-Nano-Integration - Tagungsbeiträge - VDE VERLAG“. In: *GMM-Fb. 92: Mikro-Nano-Integration*. Dortmund: VDE Verlag, Okt. 2018.
 - [9] J. Bieker, R. G. Forbes, S. Wilfert und H. F. Schlaak. „Simulation-Based Model of Randomly Distributed Large-Area Field Electron Emitters“. In: *IEEE Journal of the Electron Devices Society* 7 (2019). Conference Name: IEEE Journal of the Electron Devices Society, S. 997–1006. ISSN: 2168-6734. DOI: 10.1109/JEDS.2019.2940086.
-

-
- [10] J. Bieker, H. F. Schlaak, S. Wilfert, R. Lawrowski, M. Hausladen und R. Schreiner. „Development of FE-based electron sources for XHV ion gauges in cryogenic vacuum environments“. In: *2019 32nd International Vacuum Nanoelectronics Conference (IVNC)*. Juli 2019.
 - [11] J. Bieker, W. Konja, H. F. Schlaak und S. Wilfert. „Entwicklung einer Feldemitter-basierten Vakuum-elektronenquelle für Ionisationsmanometer in kryogenen XHV Umgebungen“. de. In: *Proceedings - Mikrosystemtechnik Kongress 2019*. Meeting Name: MikroSystemTechnik Kongress 2019. Berlin, Deutschland: VDE Verlag, Okt. 2019, S. 797–800.

Betreute studentische Arbeiten

- [12] Bauer, Fabian, Fahim, Masih, Faul, Niko und Oberthür, Jonathan. *Automatisierung des Templateätzverfahrens für die Herstellung metallischer Nanokonzen*. de. Abschlussbericht zu den Projektseminaren Praktische Entwicklungsmethodik (PEM) III & IV. Darmstadt: Technische Universität Darmstadt, 2018.
- [13] Christa, Benjamin. *Simulationsbasierte Optimierung einer Vakuumelektronenquelle*. de. Masterthesis. Darmstadt: Technische Universität Darmstadt, 2018.
- [14] Demuth, Nils. *Methode zur Prozesskontrolle bei der Herstellung Ionenspur-geätzter Multiporenfolien*. de. Bachelorthesis. Darmstadt: Technische Universität Darmstadt, 2018.

Referenzierte Literatur

- [15] P. Spiller und K. Blasche, Hrsg. *FAIR Technical Report SIS100*. GSI Helmholtzzentrum für Schwerionenforschung, 2008.
- [16] S. Wilfert. *Persönliche Mitteilung*. GSI Helmholtzzentrum für Schwerionenforschung, 2019.
- [17] Patrick Puppel. „Orts- und zeitaufgelöste Simulationstrahlinduzierter dynamischer Vakuumeffekte in Schwerionensynchrotrons“. Deutsch. Diss. Frankfurt: Johann Wolfgang Goethe-Universität, 2012.
- [18] L. Bozyk, F. Chill, M. S. Litsarev, I. Y. Tolstikhina und V. P. Shevelko. „Multiple-electron losses in uranium ion beams in heavy ion synchrotrons“. en. In: *Nuclear Instruments and Methods in Physics Research Section B: Beam Interactions with Materials and Atoms* 372 (Apr. 2016), S. 102–108. ISSN: 0168-583X. DOI: 10.1016/j.nimb.2016.01.047.
- [19] Marcel Lotz. „Entwicklung feldemitterbasierter Ionisationsmanometer für den Einsatz in kryogenen Vakuumsystemen“. Deutsch. Diss. Frankfurt: Johann Wolfgang Goethe-Universität, 2018.
- [20] V. Baglin, A. Grillot und A. G. Mathewson. *FONCTIONNEMENT D'UNE JAUGE A IONISATION A LA TEMPERATURE DE L'HELIUM LIQUIDE*. Vacuum Technical Note 95-01. CERN, Geneva, 1995.
- [21] R. H. Fowler, F. R. S und D. L. Nordheim. „Electron emission in intense electric fields“. en. In: *Proc. R. Soc. Lond. A* 119.781 (Mai 1928), S. 173–181. ISSN: 0950-1207, 2053-9150. DOI: 10.1098/rspa.1928.0091.
- [22] S. Wilfert und C. Edelmann. „Field emitter-based vacuum sensors“. In: *Vacuum*. Special Issue: Sensors 86.5 (Jan. 2012), S. 556–571. ISSN: 0042-207X. DOI: 10.1016/j.vacuum.2011.08.008.

-
- [23] K. Jousten, Hrsg. *Handbuch Vakuumtechnik*. de. 12. Aufl. Springer Reference Technik. Springer Vieweg, 2018. ISBN: 978-3-658-13385-6. DOI: 10.1007/978-3-658-13386-3.
- [24] E. L. Murphy und R. H. Good. „Thermionic Emission, Field Emission, and the Transition Region“. In: *Physical Review* 102.6 (Juni 1956), S. 1464–1473. DOI: 10.1103/PhysRev.102.1464.
- [25] R. G. Forbes und J. H. B. Deane. „Reformulation of the standard theory of Fowler–Nordheim tunnelling and cold field electron emission“. en. In: *Proceedings of the Royal Society of London A: Mathematical, Physical and Engineering Sciences* 463.2087 (Nov. 2007), S. 2907–2927. ISSN: 1364-5021, 1471-2946. DOI: 10.1098/rspa.2007.0030.
- [26] R. G. Forbes. „Extraction of emission parameters for large-area field emitters, using a technically complete Fowler–Nordheim-type equation“. In: *Nanotechnology* 23.9 (März 2012), S. 095706. ISSN: 0957-4484, 1361-6528. DOI: 10.1088/0957-4484/23/9/095706.
- [27] T. Fließbach. *Quantenmechanik: Lehrbuch zur Theoretischen Physik III*. de. Hrsg. von T. Fließbach. Berlin, Heidelberg: Springer Berlin Heidelberg, 2018, S. 127–154. ISBN: 978-3-662-58031-8. DOI: 10.1007/978-3-662-58031-8_4.
- [28] W. Nolting. *Grundkurs Theoretische Physik 5/1: Quantenmechanik - Grundlagen*. de. Hrsg. von W. Nolting. Springer-Lehrbuch. Berlin, Heidelberg: Springer Berlin Heidelberg, 2013, S. 251–337. ISBN: 978-3-642-25403-1.
- [29] W. Nolting. *Grundkurs Theoretische Physik 5/2: Quantenmechanik - Methoden und Anwendungen*. de. Hrsg. von W. Nolting. Springer-Lehrbuch. Berlin, Heidelberg: Springer Berlin Heidelberg, 2012, S. 155–238. ISBN: 978-3-642-24421-6. DOI: 10.1007/978-3-642-24421-6_3. URL: https://doi.org/10.1007/978-3-642-24421-6_3.
- [30] R. Gomer. *Field emission and field ionization*. American Vacuum Society classics. New York: American Institute of Physics, 1993. ISBN: 978-1-56396-124-3.
- [31] S. Flügge. *Electron-Emission Gas Discharges I / Elektronen-Emission Gasentladungen I*. en. Bd. 21. Handbuch der Physik. Berlin [u.a.]: Springer Science & Business Media, Dez. 2012. ISBN: 978-3-642-45844-6.
- [32] Nordheim L. W. und Fowler Ralph Howard. „The effect of the image force on the emission and reflexion of electrons by metals“. In: *Proceedings of the Royal Society of London. Series A, Containing Papers of a Mathematical and Physical Character* 121.788 (Dez. 1928), S. 626–639. DOI: 10.1098/rspa.1928.0222.
- [33] R. E. Burgess, H. Kroemer und J. M. Houston. „Corrected Values of Fowler-Nordheim Field Emission Functions $v(y)$ and $s(y)$ “. In: *Physical Review* 90.4 (Mai 1953), S. 515–515. DOI: 10.1103/PhysRev.90.515.
- [34] T. Fauster. „Elektronen nahe Metalloberflächen: Bildpotentialzustände“. en. In: *Physik in unserer Zeit* 33.2 (März 2002), S. 68–73. ISSN: 1521-3943. DOI: 10.1002/1521-3943(200203)33:2<68::AID-PIUZ68>3.0.CO;2-1.
- [35] M. Arif, K. Heo, B. Y. Lee, J. Lee, D. H. Seo, S. Seo, J. Jian und S. Hong. „Metallic nanowire–graphene hybrid nanostructures for highly flexible field emission devices“. en. In: *Nanotechnology* 22.35 (Aug. 2011), S. 355709. ISSN: 0957-4484. DOI: 10.1088/0957-4484/22/35/355709.
- [36] J. Li, M. Chen, S. Tian, A. Jin, X. Xia und C. Gu. „Single-crystal SnO₂ nanoshuttles: shape-controlled synthesis, perfect flexibility and high-performance field emission“. en. In: *Nanotechnology* 22.50 (Nov. 2011), S. 505601. ISSN: 0957-4484. DOI: 10.1088/0957-4484/22/50/505601.

-
- [37] T. Zhai, L. Li, Y. Ma, M. Liao, X. Wang, X. Fang, J. Yao, Y. Bando und D. Golberg. „One-dimensional inorganic nanostructures: synthesis, field-emission and photodetection“. en. In: *Chemical Society Reviews* 40.5 (Apr. 2011), S. 2986–3004. ISSN: 1460-4744. DOI: 10.1039/C0CS00126K.
- [38] J. J. Li, C. Z. Gu, Q. Wang, P. Xu, Z. L. Wang, Z. Xu und X. D. Bai. „Field emission from high aspect ratio tubular carbon cones grown on gold wire“. In: *Applied Physics Letters* 87.14 (Sep. 2005), S. 143107. ISSN: 0003-6951. DOI: 10.1063/1.2081127.
- [39] R. G. Forbes, J. H. B. Deane, A. Fischer und M. S. Mousa. „Fowler-Nordheim Plot Analysis: a Progress Report“. In: *arXiv:1504.06134 [cond-mat, physics:physics]* (Apr. 2015). arXiv: 1504.06134.
- [40] R. G. Forbes. „Simple good approximations for the special elliptic functions in standard Fowler-Nordheim tunneling theory for a Schottky-Nordheim barrier“. In: *Applied Physics Letters* 89.11 (Sep. 2006), S. 113122. ISSN: 0003-6951. DOI: 10.1063/1.2354582.
- [41] W. Demtröder. *Experimentalphysik 3 : Atome, Moleküle und Festkörper*. 2016. URL: <http://dx.doi.org/10.1007/978-3-662-49094-5>.
- [42] R. G. Forbes. „The Murphy-Good plot: a better method of analysing field emission data“. In: *arXiv:1905.07585 [cond-mat, physics:physics]* (Mai 2019). arXiv: 1905.07585.
- [43] K. L. Jensen. „Field Emission — Fundamental Theory to Usage“. en. In: *Wiley Encyclopedia of Electrical and Electronics Engineering*. American Cancer Society, März 2014, S. 1–29. ISBN: 978-0-471-34608-1. DOI: 10.1002/047134608X.W3129.pub2.
- [44] R. G. Forbes. „Simple derivation of the formula for Sommerfeld supply density used in electron-emission physics and limitations on its use“. In: *Journal of Vacuum Science & Technology B* 28.6 (Nov. 2010), S. 1326–1329. ISSN: 2166-2746. DOI: 10.1116/1.3501118.
- [45] A. Kyritsakis und J. P. Xanthakis. „Derivation of a generalized Fowler–Nordheim equation for nanoscopic field-emitters“. In: *Proceedings of the Royal Society A: Mathematical, Physical and Engineering Sciences* 471.2174 (Feb. 2015), S. 20140811. DOI: 10.1098/rspa.2014.0811.
- [46] A. Kyritsakis und J. P. Xanthakis. „Extension of the general thermal field equation for nanosized emitters“. In: *Journal of Applied Physics* 119.4 (Jan. 2016), S. 045303. ISSN: 0021-8979. DOI: 10.1063/1.4940721.
- [47] W. P. Dyke und J. K. Trolan. „Field Emission: Large Current Densities, Space Charge, and the Vacuum Arc“. In: *Physical Review* 89.4 (Feb. 1953), S. 799–808. DOI: 10.1103/PhysRev.89.799.
- [48] R. G. Forbes, C. J. Edgcombe und U. Valdrè. „Some comments on models for field enhancement“. In: *Ultramicroscopy*. IFES 2001 95 (Mai 2003), S. 57–65. ISSN: 0304-3991. DOI: 10.1016/S0304-3991(02)00297-8.
- [49] D. J. Rose. „On the Magnification and Resolution of the Field Emission Electron Microscope“. In: *Journal of Applied Physics* 27.3 (März 1956), S. 215–220. ISSN: 0021-8979. DOI: 10.1063/1.1722347.
- [50] D. Biswas. „A universal formula for the field enhancement factor“. In: *Physics of Plasmas* 25.4 (Apr. 2018), S. 043113. ISSN: 1070-664X. DOI: 10.1063/1.5025694.
- [51] D. S. Roveri, G. M. Sant’Anna, H. H. Bertan, J. F. Mologni, M. A. R. Alves und E. S. Braga. „Simulation of the enhancement factor from an individual 3D hemisphere-on-post field emitter by using finite elements method“. In: *Ultramicroscopy* 160 (Jan. 2016), S. 247–251. ISSN: 0304-3991. DOI: 10.1016/j.ultramic.2015.10.018.

-
- [52] C. Langer, C. Prommesberger, F. Dams und R. Schreiner. „Theoretical investigations into the field enhancement factor of silicon structures“. In: *25th International Vacuum Nanoelectronics Conference*. Juli 2012, S. 1–2. DOI: 10.1109/IVNC.2012.6316886.
- [53] A. I. Zhbanov, E. G. Pogorelov, Y.-C. Chang und Y.-G. Lee. „Screened field enhancement factor for the floating sphere model of a carbon nanotube array“. In: *Journal of Applied Physics* 110.11 (Dez. 2011), S. 114311. ISSN: 0021-8979. DOI: 10.1063/1.3665390.
- [54] F. Rohrbach. *Sur les mécanismes qui conduisent à la formation de l’étincelle électrique à très haute tension et sous ultra-vide par la mesure des temps de retard à la disruption*. CERN Yellow Reports: Monographs. Geneva: CERN, 1971.
- [55] Rod Latham, Hrsg. *High Voltage Vacuum Insulation*. English. 1st Edition. Bd. Basic Concepts and Technological Practice. Academic Press, Apr. 1995.
- [56] D. Biswas, G. Singh, S. G. Sarkar und R. Kumar. „Variation of field enhancement factor near the emitter tip“. In: *Ultramicroscopy* 185 (Feb. 2018), S. 1–4. ISSN: 0304-3991. DOI: 10.1016/j.ultramic.2017.10.016.
- [57] H. C. Miller. „Change in Field Intensification Factor β of an Electrode Projection (Whisker) at Short Gap Lengths“. en. In: *Journal of Applied Physics* 38.11 (1967), S. 4501. ISSN: 00218979. DOI: 10.1063/1.1709157.
- [58] H. C. Miller. „Influence of gap length on the field increase factor β of an electrode projection (whisker)“. In: *Journal of Applied Physics* 55.1 (Jan. 1984), S. 158–161. ISSN: 0021-8979. DOI: 10.1063/1.332879.
- [59] E. G. Pogorelov, Y.-C. Chang, A. I. Zhbanov und Y.-G. Lee. „Corrected field enhancement factor for the floating sphere model of carbon nanotube emitter“. In: *Journal of Applied Physics* 108.4 (Aug. 2010), S. 044502. ISSN: 0021-8979. DOI: 10.1063/1.3466992.
- [60] R. G. Forbes. „Physical electrostatics of small field emitter arrays/clusters“. In: *Journal of Applied Physics* 120.5 (Aug. 2016), S. 054302. ISSN: 0021-8979. DOI: 10.1063/1.4959150.
- [61] J.-M. Bonard, N. Weiss, H. Kind, T. Stöckli, L. Forró, K. Kern und A. Châtelain. „Tuning the Field Emission Properties of Patterned Carbon Nanotube Films“. en. In: *Advanced Materials* 13.3 (Feb. 2001), S. 184–188. ISSN: 1521-4095. DOI: 10.1002/1521-4095(200102)13:3<184::AID-ADMA184>3.0.CO;2-I.
- [62] S. H. Jo, Y. Tu, Z. P. Huang, D. L. Carnahan, D. Z. Wang und Z. F. Ren. „Effect of length and spacing of vertically aligned carbon nanotubes on field emission properties“. In: *Applied Physics Letters* 82.20 (Mai 2003), S. 3520–3522. ISSN: 0003-6951. DOI: 10.1063/1.1576310.
- [63] J. R. Harris, K. L. Jensen, D. A. Shiffler und J. J. Petillo. „Shielding in ungated field emitter arrays“. In: *Applied Physics Letters* 106.20 (Mai 2015), S. 201603. ISSN: 0003-6951. DOI: 10.1063/1.4921709.
- [64] J. R. Harris, K. L. Jensen und D. A. Shiffler. „Dependence of optimal spacing on applied field in ungated field emitter arrays“. In: *AIP Advances* 5.8 (Aug. 2015), S. 087182. DOI: 10.1063/1.4929983.
- [65] T. A. d. Assis und F. F. Dall’Agnol. „Evidence of universal inverse-third power law for the shielding-induced fractional decrease in apex field enhancement factor at large spacings: a response via accurate Laplace-type calculations“. en. In: *Journal of Physics: Condensed Matter* 30.19 (Apr. 2018), S. 195301. ISSN: 0953-8984. DOI: 10.1088/1361-648X/aaba9f.

-
- [66] F. H. Read und N. J. Bowring. „Field enhancement factors of random arrays of carbon nanotubes“. In: *Nuclear Instruments and Methods in Physics Research Section A: Accelerators, Spectrometers, Detectors and Associated Equipment*. Proceedings of the Sixth International Conference on Charged Particle Optics 519.1 (Feb. 2004), S. 305–314. ISSN: 0168-9002. DOI: 10.1016/j.nima.2003.11.167.
- [67] D. Biswas und R. Rudra. „Shielding effects in random large area field emitters, the field enhancement factor distribution, and current calculation“. In: *Physics of Plasmas* 25.8 (Aug. 2018), S. 083105. ISSN: 1070-664X. DOI: 10.1063/1.5041019.
- [68] A. Kyritsakis, M. Veske, K. Eimre, V. Zadin und F. Djurabekova. „Thermal runaway of metal nano-tips during intense electron emission“. en. In: *Journal of Physics D: Applied Physics* 51.22 (Mai 2018), S. 225203. ISSN: 0022-3727. DOI: 10.1088/1361-6463/aac03b.
- [69] K. A. Dean und B. R. Chalamala. „The environmental stability of field emission from single-walled carbon nanotubes“. In: *Applied Physics Letters* 75.19 (Nov. 1999), S. 3017–3019. ISSN: 0003-6951. DOI: 10.1063/1.125219.
- [70] J.-M. Bonard, F. Maier, T. Stöckli, A. Châtelain, W. A. de Heer, J.-P. Salvetat und L. Forró. „Field emission properties of multiwalled carbon nanotubes“. In: *Ultramicroscopy* 73.1 (Juni 1998), S. 7–15. ISSN: 0304-3991. DOI: 10.1016/S0304-3991(97)00129-0.
- [71] G. N. Fursey. *Field Emission in Vacuum Microelectronics*. en. New York: Kluwer Academic /Plenum Publishers, 2005. ISBN: 0-306-47450-6.
- [72] S. Karim, M. E. Toimil-Molares, A. G. Balogh, W. Ensinger, T. W. Cornelius, E. U. Khan und R. Neumann. „Morphological evolution of Au nanowires controlled by Rayleigh instability“. en. In: *Nanotechnology* 17.24 (2006), S. 5954. ISSN: 0957-4484. DOI: 10.1088/0957-4484/17/24/009.
- [73] J. P. Barbour, W. W. Dolan, J. K. Trolan, E. E. Martin und W. P. Dyke. „Space-Charge Effects in Field Emission“. In: *Physical Review* 92.1 (Okt. 1953), S. 45–51. DOI: 10.1103/PhysRev.92.45.
- [74] A. Ciszewski und R. Błaszczyszyn. „Interaction of water with field emitter tips“. In: *Progress in Surface Science*. Proceedings of the Seventeenth International Seminar on Surface Physics 48.1 (Jan. 1995), S. 99–108. ISSN: 0079-6816. DOI: 10.1016/0079-6816(95)93418-7.
- [75] E. W. Plummer und R. D. Young. „Field-Emission Studies of Electronic Energy Levels of Adsorbed Atoms“. In: *Physical Review B* 1.5 (März 1970), S. 2088–2109. DOI: 10.1103/PhysRevB.1.2088.
- [76] K. S. Yeong und J. T. L. Thong. „Effects of adsorbates on the field emission current from carbon nanotubes“. In: *Applied Surface Science* 233.1 (Juni 2004), S. 20–23. ISSN: 0169-4332. DOI: 10.1016/j.apsusc.2004.03.222.
- [77] C. Li, G. Fang, X. Yang, N. Liu, Y. Liu und X. Zhao. „Effect of adsorbates on field emission from flame-synthesized carbon nanotubes“. en. In: *Journal of Physics D: Applied Physics* 41.19 (Sep. 2008), S. 195401. ISSN: 0022-3727. DOI: 10.1088/0022-3727/41/19/195401.
- [78] T. E. Stern, B. S. Gossling und R. H. Fowler. „Further studies in the emission of electrons from cold metals“. In: *Proceedings of the Royal Society of London. Series A, Containing Papers of a Mathematical and Physical Character* 124.795 (Juli 1929), S. 699–723. DOI: 10.1098/rspa.1929.0147.
- [79] R. G. Forbes. „Use of Millikan–Lauritsen plots, rather than Fowler–Nordheim plots, to analyze field emission current-voltage data“. In: *Journal of Applied Physics* 105.11 (Juni 2009), S. 114313. ISSN: 0021-8979. DOI: 10.1063/1.3140602.
- [80] R. G. Forbes. „The Murphy–Good plot: a better method of analysing field emission data“. In: *Royal Society Open Science* 6.12 (). Publisher: Royal Society, S. 190912. DOI: 10.1098/rsos.190912.

-
- [81] R. W. Wood. „A New Form of Cathode Discharge and the Production of X-Rays, together with Some Notes on Diffraction. Preliminary Communication“. In: *Physical Review (Series I)* 5.1 (Juli 1897), S. 1–10. DOI: 10.1103/PhysRevSeriesI.5.1.
- [82] F. Watanabe und M. Suemitsu. „Separation of electron-stimulated-desorption neutrals from outgassing originating from the grid surface of emission-controlled gauges: Studies with a heated-grid gauge“. In: *Journal of Vacuum Science & Technology A* 17.6 (Nov. 1999), S. 3467–3472. ISSN: 0734-2101. DOI: 10.1116/1.582084.
- [83] Agilent Technologies. *Datenblatt UHV-24/UHV-24p Ionization Gauge*. 2004.
- [84] Granville-Phillips, Brooks Automation, Inc. *Datenblatt Granville-Phillips Series 274 Bayard-Alpert Type Ionization Gauge Tube*. 2008.
- [85] INFICON. *Datenblatt Bayard Alpert Vacuum Gauge Heads – Passive, BAG050, BAG051, BAG052, BAG053*, en. 2016.
- [86] Leybold. *Datenblatt IONIVAC Sensoren IE 414, IE 514, Leybold Gesamtkatalog 2018*, S.68-69.
- [87] ULVAC Solutions. *Datenblatt Extreme High Vacuum AxTRAN*.
- [88] G. Weston. *Ultrahigh vacuum practice*. en. London [u.a.]: Butterworth & Co., 1985. ISBN: 0-408-01485-7.
- [89] C. Langer, C. Prommesberger, R. Ławrowski, R. Schreiner, P. Serbun, G. Müller, F. Düsberg, M. Hofmann, M. Bachmann und A. Pahlke. „Field emission properties of p-type black silicon on pillar structures“. In: *Journal of Vacuum Science & Technology B* 34.2 (März 2016), 02G107. ISSN: 2166-2746. DOI: 10.1116/1.4943919.
- [90] G. Mittal und I. Lahiri. „Recent progress in nanostructured next-generation field emission devices“. en. In: *Journal of Physics D: Applied Physics* 47.32 (Juli 2014), S. 323001. ISSN: 0022-3727. DOI: 10.1088/0022-3727/47/32/323001.
- [91] J.-M. Bonard, J.-P. Salvetat, T. Stöckli, L. Forró und A. Châtelain. „Field emission from carbon nanotubes: perspectives for applications and clues to the emission mechanism“. en. In: *Applied Physics A* 69.3 (Sep. 1999), S. 245–254. ISSN: 1432-0630. DOI: 10.1007/s003390050998.
- [92] Y. Saito und S. Uemura. „Field emission from carbon nanotubes and its application to electron sources“. In: *Carbon* 38.2 (Jan. 2000), S. 169–182. ISSN: 0008-6223. DOI: 10.1016/S0008-6223(99)00139-6.
- [93] H. H. Busta, R. J. Espinosa, A. T. Rakhimov, N. V. Suetin, M. A. Timofeyev, P. Bressler, M. Schramme, J. R. Fields, M. E. Kordesch und A. Silzars. „Performance of nanocrystalline graphite field emitters“. In: *Solid-State Electronics* 45.6 (Juni 2001), S. 1039–1047. ISSN: 0038-1101.
- [94] G. S. Bocharov und A. V. Eletsii. „Degradation of a CNT-Based Field Emission Cathode due to Ion Sputtering“. In: *Fullerenes, Nanotubes and Carbon Nanostructures* 20.4-7 (Mai 2012), S. 444–450. ISSN: 1536-383X. DOI: 10.1080/1536383X.2012.655570.
- [95] R. Baptist, C. Bieth und C. Py. „Bayard-Alpert vacuum gauge with microtips“. In: *Journal of Vacuum Science & Technology B: Microelectronics and Nanometer Structures Processing, Measurement, and Phenomena* 14.3 (Mai 1996), S. 2119–2125. ISSN: 1071-1023. DOI: 10.1116/1.588883.
- [96] D. Shiffler, M. Ruebush, M. Haworth, R. Umstattd, M. LaCour, K. Golby, D. Zagar und T. Knowles. „Carbon velvet field-emission cathode“. In: *Review of Scientific Instruments* 73.12 (Nov. 2002), S. 4358–4362. ISSN: 0034-6748. DOI: 10.1063/1.1516853.

-
- [97] N Ogiwara, K Suganuma, Y Miyo, S Kobayashi und Y Saito. „Application of the field emitter array to the vacuum measurements“. en. In: *Applied Surface Science* 146.1 (Mai 1999), S. 234–238. ISSN: 0169-4332. DOI: 10.1016/S0169-4332(99)00065-3.
- [98] W. G. Mourad, T. Pauly und R. G. Herb. „Orbitron Ionization Gauge“. In: *Review of Scientific Instruments* 35.6 (Juni 1964), S. 661–665. ISSN: 0034-6748. DOI: 10.1063/1.1746679.
- [99] W. Li und D. Zhang. „Spherical oscillator gauge with field emission cold cathode“. In: *Journal of Vacuum Science & Technology A* 5.4 (Juli 1987), S. 2376–2379. ISSN: 0734-2101. DOI: 10.1116/1.574457.
- [100] C. A. Spindt, I. Brodie, L. Humphrey und E. R. Westerberg. „Physical properties of thin-film field emission cathodes with molybdenum cones“. en. In: *Journal of Applied Physics* 47.12 (Dez. 1976), S. 5248–5263. ISSN: 0021-8979, 1089-7550. DOI: 10.1063/1.322600.
- [101] J. Ghrayeb und R. Daniels. „Status review of field emission displays“. In: *Cockpit Displays VIII: Displays for Defense Applications*. Bd. 4362. International Society for Optics und Photonics, Sep. 2001, S. 319–330. DOI: 10.1117/12.439128.
- [102] R. Haitz und J. Y. Tsao. „Solid-state lighting: ‘The case’ 10 years after and future prospects“. en. In: *physica status solidi (a)* 208.1 (2011), S. 17–29. ISSN: 1862-6319. DOI: 10.1002/pssa.201026349.
- [103] J. Browning, N. E. McGruer, W. J. Bintz und M. Gilmore. „Experimental observations of gated field emitter failures“. In: *IEEE Electron Device Letters* 13.3 (März 1992), S. 167–169. DOI: 10.1109/55.144999.
- [104] J. Browning, N. E. McGruer, S. Meassick, C. Chan, W. J. Bintz und M. Gilmore. „Gate field emitter failures: experiment and theory“. In: *IEEE Transactions on Plasma Science* 20.5 (Okt. 1992), S. 499–506. DOI: 10.1109/27.163587.
- [105] J. X. Huang, J. Chen, S. Z. Deng und N. S. Xu. „Bayard-Alpert ionization gauge using carbon-nanotube cold cathode“. In: *Journal of Vacuum Science & Technology B: Microelectronics and Nanometer Structures Processing, Measurement, and Phenomena* 25.2 (März 2007), S. 651–654. ISSN: 1071-1023. DOI: 10.1116/1.2433963.
- [106] C Oshima, T Satoh und A Otuka. „An ionization gauge with a cold electron source for an extremely high vacuum“. en. In: *Vacuum*. Special Issue Selected Proceedings of the 12th International Vacuum Congress (IVC-12) 8th International Conference on Solid Surfaces (ICSS-8) 44.5 (Mai 1993), S. 595–597. ISSN: 0042-207X. DOI: 10.1016/0042-207X(93)90104-I.
- [107] C. Dong und G. R. Myneni. „Field emitter based extractor gauges and residual gas analyzers“. In: *Journal of Vacuum Science & Technology A* 17.4 (Juli 1999), S. 2026–2033. ISSN: 0734-2101. DOI: 10.1116/1.581722.
- [108] E. Kirk, S. Tsujino, T. Vogel, K. Jefimovs, J. Gobrecht und A. Wrulich. „Fabrication of all-metal field emitter arrays with controlled apex sizes by molding“. In: *Journal of Vacuum Science & Technology B: Microelectronics and Nanometer Structures Processing, Measurement, and Phenomena* 27.4 (Juni 2009), S. 1813–1820. ISSN: 1071-1023. DOI: 10.1116/1.3151852.
- [109] W. I. Milne, K. B. K. Teo, G. A. J. Amaratunga, P. Legagneux, L. Gangloff, J.-P. Schnell, V. Semet, V. T. Binh und O. Groening. „Carbon nanotubes as field emission sources“. en. In: *Journal of Materials Chemistry* 14.6 (2004), S. 933–943. DOI: 10.1039/B314155C.
- [110] B.-R. Huang, Y.-K. Yang, T.-C. Lin und W.-L. Yang. „Core-Shell Structure of a Silicon Nanorod/Carbon Nanotube Field Emission Cathode“. en. In: *Journal of Nanomaterials* Volume 2012, Article ID 369763 (2012), S. 6. DOI: 10.1155/2012/369763.

-
- [111] K. B. K. Teo u. a. „Plasma enhanced chemical vapour deposition carbon nanotubes/nanofibres how uniform do they grow?“ en. In: *Nanotechnology* 14.2 (Jan. 2003), S. 204–211. ISSN: 0957-4484. DOI: 10.1088/0957-4484/14/2/321.
- [112] O. Gröning, O. M. Küttel, C. Emmenegger, P. Gröning und L. Schlapbach. „Field emission properties of carbon nanotubes“. In: *Journal of Vacuum Science & Technology B: Microelectronics and Nanometer Structures Processing, Measurement, and Phenomena* 18.2 (März 2000), S. 665–678. ISSN: 1071-1023. DOI: 10.1116/1.591258.
- [113] L. Nilsson, O. Gröning, C. Emmenegger, O. Kuettel, E. Schaller, L. Schlapbach, H. Kind, J.-M. Bonard und K. Kern. „Scanning field emission from patterned carbon nanotube films“. In: *Applied Physics Letters* 76.15 (Apr. 2000), S. 2071–2073. ISSN: 0003-6951. DOI: 10.1063/1.126258.
- [114] J.-M. Bonard, K. A. Dean, B. F. Coll und C. Klink. „Field Emission of Individual Carbon Nanotubes in the Scanning Electron Microscope“. In: *Physical Review Letters* 89.19 (Okt. 2002), S. 197602. DOI: 10.1103/PhysRevLett.89.197602.
- [115] N. d. Jonge, Y. Lamy, K. Schoots und T. H. Oosterkamp. „High brightness electron beam from a multi-walled carbon nanotube“. En. In: *Nature* 420.6914 (Nov. 2002), S. 393. ISSN: 1476-4687. DOI: 10.1038/nature01233.
- [116] Y. Wei, C. Xie, K. A. Dean und B. F. Coll. „Stability of carbon nanotubes under electric field studied by scanning electron microscopy“. In: *Applied Physics Letters* 79.27 (Dez. 2001), S. 4527–4529. ISSN: 0003-6951. DOI: 10.1063/1.1429300.
- [117] S. T. Purcell, P. Vincent, C. Journet und V. T. Binh. „Hot Nanotubes: Stable Heating of Individual Multiwall Carbon Nanotubes to 2000 K Induced by the Field-Emission Current“. In: *Physical Review Letters* 88.10 (Feb. 2002), S. 105502. DOI: 10.1103/PhysRevLett.88.105502.
- [118] Y.-H. Lee, Y.-T. Jang, D.-H. Kim, J.-H. Ahn und B. Ju. „Realization of Gated Field Emitters for Electrophotonic Applications Using Carbon Nanotube Line Emitters Directly Grown into Submicrometer Holes“. In: *Advanced Materials* 13.7 (2001), S. 479–482. ISSN: 1521-4095. DOI: 10.1002/1521-4095(200104)13:7<479::AID-ADMA479>3.0.CO;2-H.
- [119] Q. H. Wang, T. D. Corrigan, J. Y. Dai, R. P. H. Chang und A. R. Krauss. „Field emission from nanotube bundle emitters at low fields“. In: *Applied Physics Letters* 70.24 (Juni 1997), S. 3308–3310. ISSN: 0003-6951. DOI: 10.1063/1.119146.
- [120] L. Sheng, P. Liu, Y. Wei, L. Liu, J. Qi und S. Fan. „A saddle-field gauge with carbon nanotube field emitters“. en. In: *Diamond and Related Materials* 14.10 (Okt. 2005), S. 1695–1699. ISSN: 0925-9635. DOI: 10.1016/j.diamond.2005.06.016.
- [121] W. Knapp, D. Schleussner und M. Wüest. „Investigation of ionization gauges with carbon nanotube (CNT) field-emitter cathodes“. en. In: *Journal of Physics: Conference Series* 100.9 (März 2008), S. 092007. ISSN: 1742-6596. DOI: 10.1088/1742-6596/100/9/092007.
- [122] H. Suto, S. Fujii, K. Yoshihara, K. Ishida, Y. Tanaka, S.-i. Honda und M. Katayama. „Fabrication of Cold Cathode Ionization Gauge Using Screen-Printed Carbon Nanotube Field Electron Emitter“. en. In: *Japanese Journal of Applied Physics* 47.4R (Apr. 2008), S. 2032. ISSN: 1347-4065. DOI: 10.1143/JJAP.47.2032.
- [123] H. Liu, H. Nakahara, S. Uemura und Y. Saito. „Ionization vacuum gauge with a carbon nanotube field electron emitter combined with a shield electrode“. en. In: *Vacuum. Proceedings of the 4th Vacuum and Surface Sciences Conference of Asia and Australia (VASSCAA-4) - Sessions on Vacuum Science and its Application* 84.5 (Dez. 2009), S. 713–717. ISSN: 0042-207X. DOI: 10.1016/j.vacuum.2009.06.016.
-

-
- [124] C. Dong und G. R. Myneni. „Carbon nanotube electron source based ionization vacuum gauge“. In: *Applied Physics Letters* 84.26 (Juni 2004), S. 5443–5445. ISSN: 0003-6951. DOI: 10.1063/1.1767956.
- [125] M. Lotz, O. Kester und S. Wilfert. „Development of a Field Emitter-based Extractor Gauge for the Operation in Cryogenic Vacuum Environments“. In: *Proceedings, 5th International Particle Accelerator Conference (IPAC 2014): Dresden, Germany, June 15-20, 2014*. Dresden, Juli 2014, WEPME029. DOI: 10.18429/JACoW-IPAC2014-WEPME029.
- [126] D. Li, Y. Cheng, H. Zhang, Y. Wang, J. Sun und M. Dong. „Investigation of an extractor gauge modified by carbon nanotubes emitter grown on stainless steel substrate“. In: *Vacuum* 123.Supplement C (Jan. 2016), S. 69–75. ISSN: 0042-207X. DOI: 10.1016/j.vacuum.2015.10.016.
- [127] D. Li, Y. Cheng, Y. Wang, H. Zhang, C. Dong und D. Li. „Improved field emission properties of carbon nanotubes grown on stainless steel substrate and its application in ionization gauge“. In: *Applied Surface Science* 365.Supplement C (März 2016), S. 10–18. ISSN: 0169-4332. DOI: 10.1016/j.apsusc.2016.01.011.
- [128] H. Zhang, Y. Cheng, J. Sun, Y. Wang, Z. Xi, M. Dong und D. Li. „An ionization gauge for ultrahigh vacuum measurement based on a carbon nanotube cathode“. In: *Review of Scientific Instruments* 88.10 (Okt. 2017), S. 105107. ISSN: 0034-6748. DOI: 10.1063/1.5006526.
- [129] W. P. Kang, A. Wisitsora-at, J. L. Davidson, M. Howell, D. V. Kerns, Q. Li, J. F. Xu und C. K. Kim. „Micropattern-gated diamond field emitter array“. In: *Journal of Vacuum Science & Technology B: Microelectronics and Nanometer Structures Processing, Measurement, and Phenomena* 16.2 (März 1998), S. 732–735. ISSN: 1071-1023. DOI: 10.1116/1.589893.
- [130] A. Malesevic, R. Kemps, A. Vanhulsel, M. P. Chowdhury, A. Volodin und C. Van Haesendonck. „Field emission from vertically aligned few-layer graphene“. In: *Journal of Applied Physics* 104.8 (Okt. 2008), S. 084301. ISSN: 0021-8979. DOI: 10.1063/1.2999636.
- [131] T. Sugino, S. Kawasaki, K. Tanioka und J. Shirafuji. „Electron emission from boron nitride coated Si field emitters“. In: *Applied Physics Letters* 71.18 (Nov. 1997), S. 2704–2706. ISSN: 0003-6951. DOI: 10.1063/1.120183.
- [132] F. Dams, A. Navitski, C. Prommesberger, P. Serbun, C. Langer, G. Muller und R. Schreiner. „Homogeneous Field Emission Cathodes With Precisely Adjustable Geometry Fabricated by Silicon Technology“. In: *IEEE Transactions on Electron Devices* 59.10 (Okt. 2012), S. 2832–2837. ISSN: 0018-9383. DOI: 10.1109/TED.2012.2206598.
- [133] P. Serbun, B. Bornmann, A. Navitski, G. Müller, C. Prommesberger, C. Langer, F. Dams und R. Schreiner. „Stable field emission of single B-doped Si tips and linear current scaling of uniform tip arrays for integrated vacuum microelectronic devices“. In: *Journal of Vacuum Science & Technology B* 31.2 (Nov. 2012), 02B101. ISSN: 2166-2746. DOI: 10.1116/1.4765088.
- [134] R. Ławrowski, C. Langer, C. Prommesberger, F. Dams, M. Bachmann und R. Schreiner. „Fabrication and simulation of silicon structures with high aspect ratio for field emission devices“. In: *2014 27th International Vacuum Nanoelectronics Conference (IVNC)*. Juli 2014, S. 193–194. DOI: 10.1109/IVNC.2014.6894805.
- [135] L. Wang, R. Stevens, E. Huq, I. Loader, B. Kent, K. Aplin und J. She. „Optimization of silicon field-emission arrays fabrication for space applications“. In: *Journal of Vacuum Science & Technology B: Microelectronics and Nanometer Structures Processing, Measurement, and Phenomena* 22.3 (Mai 2004), S. 1407–1410. ISSN: 1071-1023. DOI: 10.1116/1.1736641.

-
- [136] C. Prommesberger, C. Langer, R. Ławrowski und R. Schreiner. „Investigations on the long-term performance of gated p-type silicon tip arrays with reproducible and stable field emission behavior“. In: *Journal of Vacuum Science & Technology B, Nanotechnology and Microelectronics: Materials, Processing, Measurement, and Phenomena* 35.1 (Dez. 2016), S. 012201. ISSN: 2166-2746. DOI: 10.1116/1.4972519.
- [137] E. I. Givargizov. „Ultrasharp tips for field emission applications prepared by the vapor–liquid–solid growth technique“. In: *Journal of Vacuum Science & Technology B: Microelectronics and Nanometer Structures Processing, Measurement, and Phenomena* 11.2 (März 1993), S. 449–453. ISSN: 1071-1023. DOI: 10.1116/1.586882.
- [138] J. Liu, V. V. Zhirnov, G. J. Wojak, A. F. Myers, W. B. Choi, J. J. Hren, S. D. Wolter, M. T. McClure, B. R. Stoner und J. T. Glass. „Electron emission from diamond coated silicon field emitters“. In: *Applied Physics Letters* 65.22 (Nov. 1994), S. 2842–2844. ISSN: 0003-6951. DOI: 10.1063/1.112538.
- [139] V. Lebedev, F. M. Morales, M. Fischer, M. Himmerlich, S. Krischok, J. A. Schäfer und O. Ambacher. „Nanocrystalline AlN:Si field emission arrays for vacuum electronics“. en. In: *physica status solidi (a)* 203.7 (2006), S. 1839–1844. ISSN: 1862-6319. DOI: 10.1002/pssa.200565238.
- [140] C. Langer, V. Bomke, M. Hausladen, R. Ławrowski, C. Prommesberger, M. Bachmann und R. Schreiner. „Silicon chip field emission electron source fabricated by laser micromachining“. In: *Journal of Vacuum Science & Technology B* IV2019.1 (Dez. 2019), S. 013202. ISSN: 2166-2746. DOI: 10.1116/1.5134872@jvb.2020.IV2019.issue-1.
- [141] Z. Chen, C. B. Cao und H. S. Zhu. „Oriented Bicrystalline GaN Nanowire Arrays suitable for Field Emission Applications“. In: *Chemical Vapor Deposition* 13.10 (2007), S. 527–532. ISSN: 1521-3862. DOI: 10.1002/cvde.200604244.
- [142] B. Liu, Y. Bando, C. Tang, F. Xu, J. Hu und D. Golberg. „Needlelike Bicrystalline GaN Nanowires with Excellent Field Emission Properties“. In: *The Journal of Physical Chemistry B* 109.36 (Sep. 2005), S. 17082–17085. ISSN: 1520-6106. DOI: 10.1021/jp052827r.
- [143] T. Sugino, T. Hori, C. Kimura und T. Yamamoto. „Field emission from GaN surfaces roughened by hydrogen plasma treatment“. In: *Applied Physics Letters* 78.21 (Mai 2001), S. 3229–3231. ISSN: 0003-6951. DOI: 10.1063/1.1370979.
- [144] R. Ławrowski, C. Langer, C. Prommesberger und R. Schreiner. „Field emission from three-dimensional epitaxial grown GaN-microrods“. In: *2016 29th International Vacuum Nanoelectronics Conference (IVNC)*. Juli 2016, S. 1–2. DOI: 10.1109/IVNC.2016.7551477.
- [145] H. Jia, Y. Zhang, X. Chen, J. Shu, X. Luo, Z. Zhang und D. Yu. „Efficient field emission from single crystalline indium oxide pyramids“. In: *Applied Physics Letters* 82.23 (Juni 2003), S. 4146–4148. ISSN: 0003-6951. DOI: 10.1063/1.1582354.
- [146] B. Liu, Y. Bando, X. Jiang, C. Li, X. Fang, H. Zeng, T. Terao, C. Tang, M. Mitome und D. Golberg. „Self-assembled ZnS nanowire arrays: synthesis, in situ Cu doping and field emission“. en. In: *Nanotechnology* 21.37 (Aug. 2010), S. 375601. ISSN: 0957-4484. DOI: 10.1088/0957-4484/21/37/375601.
- [147] G. Riveros, S. Green, A. Cortes, H. Gómez, R. E. Marotti und E. A. Dalchiele. „Silver nanowire arrays electrochemically grown into nanoporous anodic alumina templates“. en. In: *Nanotechnology* 17.2 (Jan. 2006), S. 561–570. ISSN: 0957-4484. DOI: 10.1088/0957-4484/17/2/037.
- [148] J. Sarkar, G. G. Khan und A. Basumallick. „Nanowires: properties, applications and synthesis via porous anodic aluminium oxide template“. en. In: *Bulletin of Materials Science* 30.3 (Juni 2007), S. 271–290. ISSN: 0973-7669. DOI: 10.1007/s12034-007-0047-0.

-
- [149] A. Dangwal, G. Müller, F. Maurer, J. Brötz und H. Fuess. „Field emission properties of bare and gold-coated nickel nanowires grown in polymer ion-track membranes“. In: *Journal of Vacuum Science & Technology B: Microelectronics and Nanometer Structures Processing, Measurement, and Phenomena* 25.2 (März 2007), S. 586–589. ISSN: 1071-1023. DOI: 10.1116/1.2709888.
- [150] A. Dangwal, C. S. Pandey, G. Müller, S. Karim, T. W. Cornelius und C. Trautmann. „Field emission properties of electrochemically deposited gold nanowires“. In: *Applied Physics Letters* 92.6 (Feb. 2008), S. 063115. ISSN: 0003-6951. DOI: 10.1063/1.2844853.
- [151] J. Joo, S. J. Lee, D. H. Park, Y. S. Kim, Y. Lee, C. J. Lee und S.-R. Lee. „Field emission characteristics of electrochemically synthesized nickel nanowires with oxygen plasma post-treatment“. en. In: *Nanotechnology* 17.14 (Juni 2006), S. 3506–3511. ISSN: 0957-4484. DOI: 10.1088/0957-4484/17/14/024.
- [152] P. Serbun. „A systematic investigation of carbon, metallic and semiconductor nanostructures for field-emission cathode applications“. eng. Wissenschaftliche Abschlussarbeiten » Dissertation. Wuppertal: Universität Wuppertal, Fakultät für Mathematik und Naturwissenschaften » Physik » Dissertationen, Feb. 2014.
- [153] F. Maurer, A. Dangwal, D. Lysenkov, G. Müller, M. E. Toimil-Molares, C. Trautmann, J. Brötz und H. Fuess. „Field emission of copper nanowires grown in polymer ion-track membranes“. In: *Nuclear Instruments and Methods in Physics Research Section B: Beam Interactions with Materials and Atoms*. Swift Heavy Ions in Matter 245.1 (Apr. 2006), S. 337–341. ISSN: 0168-583X. DOI: 10.1016/j.nimb.2005.11.124.
- [154] J. L. Duan, D. Y. Lei, F. Chen, S. P. Lau, W. I. Milne, M. E. Toimil-Molares, C. Trautmann und J. Liu. „Vertically-Aligned Single-Crystal Nanocone Arrays: Controlled Fabrication and Enhanced Field Emission“. In: *ACS Applied Materials & Interfaces* 8.1 (Jan. 2016), S. 472–479. ISSN: 1944-8244. DOI: 10.1021/acsami.5b09374.
- [155] W. Lee und S.-J. Park. „Porous Anodic Aluminum Oxide: Anodization and Templated Synthesis of Functional Nanostructures“. In: *Chemical Reviews* 114.15 (Aug. 2014), S. 7487–7556. ISSN: 0009-2665. DOI: 10.1021/cr500002z.
- [156] H. Masuda und K. Fukuda. „Ordered Metal Nanohole Arrays Made by a Two-Step Replication of Honeycomb Structures of Anodic Alumina“. en. In: *Science* 268.5216 (Juni 1995), S. 1466–1468. ISSN: 0036-8075, 1095-9203. DOI: 10.1126/science.268.5216.1466.
- [157] J. Vetter und R. Spohr. „Application of ion track membranes for preparation of metallic microstructures“. In: *Nuclear Instruments and Methods in Physics Research Section B: Beam Interactions with Materials and Atoms* 79.1 (2. Juni 1993), S. 691–694. ISSN: 0168-583X. DOI: 10.1016/0168-583X(93)95444-A.
- [158] J. Brotz, F. Maurer, T. Cornelius und M. T. Molares. „Controlled deposition of Copper nanowires for field emission investigations“. In: *Micro. Anal. in Mater. Sci. Freiberg* (2005), S. 1–3.
- [159] S. Karim, W. Ensinger, S. A. Mujahid, K. Maaz und E. U. Khan. „Effect of etching conditions on pore shape in etched ion-track polycarbonate membranes“. In: *Radiation Measurements*. Proceedings of the 24th International Conference on Nuclear Tracks in Solids 44.9 (2009), S. 779–782. ISSN: 1350-4487. DOI: 10.1016/j.radmeas.2009.10.022.
- [160] W. Lee, R. Ji, U. Gösele und K. Nielsch. „Fast fabrication of long-range ordered porous alumina membranes by hard anodization“. In: *Nature Materials* 5.9 (Sep. 2006), S. 741–747. ISSN: 1476-1122. DOI: 10.1038/nmat1717.

-
- [161] L. Burr. „Ion-track technology based synthesis and characterization of gold and gold alloys nanowires and nanocones“. Dissertation. Darmstadt: Technische Universität Darmstadt, Juni 2016.
- [162] M. E. Toimil Molares, A. G. Balogh, T. W. Cornelius, R. Neumann und C. Trautmann. „Fragmentation of nanowires driven by Rayleigh instability“. In: *Applied Physics Letters* 85.22 (Nov. 2004), S. 5337–5339. ISSN: 0003-6951. DOI: 10.1063/1.1826237.
- [163] S. Quednau, F. Greiner, H. F. Schlaak, M. Rauber, W. Ensinger und R. Neumann. „Integration von Nanodrahtarrays in Mikrosysteme für die Gasflusssensorik“. ger. In: *GMM Fachbericht 63 "Mikro-Nano-Integration"* 63 (März 2010). Number: 63, S. 159–164. ISSN: 1432-3419.
- [164] F. Dassinger, M. Hottes, F. Greiner, H. F. Schlaak und W. Ensinger. „Mikro-Nano-Integration für die Inertialsensorik“. In: *Sensor Magazin* 27.3 (Sep. 2012), S. 24.
- [165] F. Dassinger, S. Quednau, F. Greiner, H. F. Schlaak, M. Hottes, C. Stegmann, M. Rauber, W. Ensinger und C. Trautmann. „Einsatz von integrierten Nanostrukturen in Mikrosystemen“. In: *Mikro-Nano-Integration*. Berlin: VDE Verlag, Jan. 2013.
- [166] S. Quednau, F. Dassinger, M. Hottes, C. Stegmann, W. Ensinger und H. F. Schlaak. „Integration und Charakterisierung von Nanostrukturen in Mikrosysteme für sensorische Anwendungen“. In: *Mikrosystemtechnik 2013*. Aachen, 2013.
- [167] F. Greiner, S. Quednau, F. Dassinger, R. Sarwar, H. F. Schlaak, M. Guttman und P. Meyer. „Fabrication techniques for multiscale 3D-MEMS with vertical metal micro- and nanowire integration“. In: *Journal of Micromechanics and Microengineering* 23.2 (Feb. 2013), S. 025018. ISSN: 0960-1317, 1361-6439. DOI: 10.1088/0960-1317/23/2/025018.
- [168] C. Nick, S. Quednau, R. Sarwar, H. F. Schlaak und C. Thielemann. „High aspect ratio gold nanopillars on microelectrodes for neural interfaces“. en. In: *Microsystem Technologies* 20.10 (Okt. 2014), S. 1849–1857. ISSN: 1432-1858. DOI: 10.1007/s00542-013-1958-x.
- [169] P. Apel. „Track etching technique in membrane technology“. In: *Radiation Measurements*. Proceedings of the 20th International Conference on Nuclear Tracks in Solids 34.1 (Juni 2001), S. 559–566. ISSN: 1350-4487. DOI: 10.1016/S1350-4487(01)00228-1.
- [170] R. Spohr. „Real-time control of track etching and recent experiments relevant to micro and nano fabrication“. In: *Radiation Measurements*. Proceedings of the 23rd International Conference on Nuclear Tracks in Solids 43 (Aug. 2008), S560–S570. ISSN: 1350-4487. DOI: 10.1016/j.radmeas.2008.03.078.
- [171] R. Spohr. *Ion Tracks and Microtechnology: Principles and Applications*. en. 1st Edition. Braunschweig: Reimar Spohr, 1990. ISBN: 978-3-528-06330-6.
- [172] F. Petersen und W. Enge. „Energy loss dependent transversal etching rates of heavy ion tracks in plastic“. In: *Radiation Measurements*. Nuclear Tracks in Solids 25.1 (Jan. 1995), S. 43–46. ISSN: 1350-4487. DOI: 10.1016/1350-4487(95)00028-D.
- [173] E. H. Lee. „Ion-beam modification of polymeric materials - fundamental principles and applications“. In: *Nuclear Instruments and Methods in Physics Research Section B: Beam Interactions with Materials and Atoms* 151.1 (1999), S. 29–41. ISSN: 0168-583X. DOI: 10.1016/S0168-583X(99)00129-9.
- [174] P. Y. Apel und G. Pretzsch. „Investigation of the radial pore-etching rate in a plastic track detector as a function of the local damage density around the ion path“. In: *International Journal of Radiation Applications and Instrumentation. Part D. Nuclear Tracks and Radiation Measurements* 11.1 (Jan. 1986), S. 45–53. ISSN: 1359-0189. DOI: 10.1016/1359-0189(86)90019-1.

-
- [175] M. C. Clochard, T. L. Wade, J. E. Wegrowe und E. Balanzat. „Influence of asymmetric etching on ion track shapes in polycarbonate“. In: *Nuclear Instruments and Methods in Physics Research Section B: Beam Interactions with Materials and Atoms*. Proceedings of the Seventh International Symposium on Ionizing Radiation and Polymers 265.1 (2007), S. 325–329. ISSN: 0168-583X. DOI: 10.1016/j.nimb.2007.08.065.
- [176] J. D. Jackson. *Klassische Elektrodynamik*. 4. überarb. Aufl. Berlin, Boston: De Gruyter, 2011. ISBN: 978-3-11-020003-4.
- [177] P. Y. Apel, A. P. Akimenko, I. V. Blonskaya, T. Cornelius, R. Neumann, K. Schwartz, R. Spohr und C. Trautmann. „Etching of nanopores in polycarbonate irradiated with swift heavy ions at 15K“. In: *Nuclear Instruments and Methods in Physics Research Section B: Beam Interactions with Materials and Atoms*. Swift Heavy Ions in Matter 245.1 (Apr. 2006), S. 284–287. ISSN: 0168-583X. DOI: 10.1016/j.nimb.2005.11.164.
- [178] F. Greiner, F. Dassinger, S. Quednau, R. Sarwar, M. Hottes, C. Stegmann, M. Rauber, C. Trautmann, H. F. Schlaak und W. Ensinger. „Integration of nanowires onto 100 mm wafers by the growth in-place method“. In: *GSI Scientific Report 2012*. Darmstadt, Mai 2013. URL: repository.gsi.de/record/52305.
- [179] M. E. Toimil Molares, J. Brötz, V. Buschmann, D. Dobrev, R. Neumann, R. Scholz, I. U. Schuchert, C. Trautmann und J. Vetter. „Etched heavy ion tracks in polycarbonate as template for copper nanowires“. In: *Nuclear Instruments and Methods in Physics Research Section B: Beam Interactions with Materials and Atoms* 185.1 (2001), S. 192–197. ISSN: 0168-583X. DOI: 10.1016/S0168-583X(01)00755-8.
- [180] P. Y. Apel, I. V. Blonskaya, O. L. Orellovitch, B. A. Sartowska und R. Spohr. „Asymmetric ion track nanopores for sensor technology. Reconstruction of pore profile from conductometric measurements“. en. In: *Nanotechnology* 23.22 (2012), S. 225503. ISSN: 0957-4484. DOI: 10.1088/0957-4484/23/22/225503.
- [181] P. Y. Apel, Y. E. Korchev, Z. Siwy, R. Spohr und M. Yoshida. „Diode-like single-ion track membrane prepared by electro-stopping“. In: *Nuclear Instruments and Methods in Physics Research Section B: Beam Interactions with Materials and Atoms* 184.3 (Nov. 2001), S. 337–346. ISSN: 0168-583X. DOI: 10.1016/S0168-583X(01)00722-4.
- [182] C. Harrell, Z. Siwy und C. Martin. „Conical Nanopore Membranes: Controlling the Nanopore Shape“. In: *Small* 2.2 (1. Feb. 2006), S. 194–198. ISSN: 1613-6829. DOI: 10.1002/smll.200500196.
- [183] P. Scopece, L. A. Baker, P. Ugo und C. R. Martin. „Conical nanopore membranes: solvent shaping of nanopores“. In: *Nanotechnology* 17.15 (2006), S. 3951.
- [184] H. P. Latscha, U. Kzmaier und H. A. Klein. „Derivate der Carbonsäuren“. de. In: *Organische Chemie: Chemie-Basiswissen II*. Hrsg. von H. P. Latscha, U. Kzmaier und H. Klein. Springer-Lehrbuch. Berlin, Heidelberg: Springer, 2016, S. 287–300. ISBN: 978-3-662-46180-8. DOI: 10.1007/978-3-662-46180-8_19.
- [185] T. A. Gruhn, W. K. Li, E. V. Benton, R. M. Cassou und C. S. Johnson. „ETCHING MECHANISM AND BEHAVIOUR OF POLYCARBONATES IN HYDROXIDE SOLUTION: LEXAN AND CR-39“. In: *Solid State Nuclear Track Detectors*. Hrsg. von H. François, J. P. Massue, R. Schmitt, N. Kurtz, M. Monnin und S. A. Durrani. Pergamon, Jan. 1980, S. 291–302. ISBN: 978-0-08-025029-8. DOI: 10.1016/B978-0-08-025029-8.50040-8.

-
- [186] R. Spohr, C. Zet, B. Eberhard Fischer, H. Kiesewetter, P. Apel, I. Gunko, T. Ohgai und L. Westerberg. „Controlled fabrication of ion track nanowires and channels“. In: *Nuclear Instruments and Methods in Physics Research Section B: Beam Interactions with Materials and Atoms* 268.6 (März 2010), S. 676–686. ISSN: 0168583X. DOI: 10.1016/j.nimb.2009.12.017.
- [187] Y. S. Kovalev, N. V. Levkovich, A. I. Kuklin und P. Y. Apel'. „Surfactant aggregation in solutions applied for track etching and its possible effect on the pore shape in track membranes“. en. In: *Colloid Journal* 71.5 (Nov. 2009), S. 634. ISSN: 1608-3067. DOI: 10.1134/S1061933X0905007X.
- [188] P. Y. Apel, I. V. Blonskaya, S. N. Dmitriev, T. I. Mamonova, O. L. Orelovitch, B. Sartowska und Y. Yamauchi. „Surfactant-controlled etching of ion track nanopores and its practical applications in membrane technology“. In: *Radiation Measurements. Proceedings of the 23rd International Conference on Nuclear Tracks in Solids* 43 (Aug. 2008), S552–S559. ISSN: 1350-4487. DOI: 10.1016/j.radmeas.2008.04.057.
- [189] P. Y. Apel, I. V. Blonskaya, O. L. Orelovitch, D. Root, V. Vutsadakis und S. N. Dmitriev. „Effect of nanosized surfactant molecules on the etching of ion tracks: New degrees of freedom in design of pore shape“. In: *Nuclear Instruments and Methods in Physics Research Section B: Beam Interactions with Materials and Atoms. Fifth International Symposium on Swift Heavy Ions in Matter* 209 (Aug. 2003), S. 329–334. ISSN: 0168-583X. DOI: 10.1016/S0168-583X(02)02057-8.
- [190] P. Kurzweil und P. Scheipers. *Chemie*. Wiesbaden: Vieweg+Teubner Verlag, 2012. ISBN: 978-3-8348-1555-2 978-3-8348-8280-6.
- [191] A. F. Holleman. *Lehrbuch der anorganischen Chemie*. de. Publication Title: Lehrbuch der anorganischen Chemie. De Gruyter, Mai 2019. ISBN: 978-3-11-083817-6.
- [192] W. DeSorbo. „Ultraviolet effects and aging effects on etching characteristics of fission tracks in polycarbonate film“. In: *Nuclear Tracks* 3.1 (März 1979), S. 13–32. ISSN: 0191-278X. DOI: 10.1016/0191-278X(79)90026-X.
- [193] Popov, Valentin L. *Kontaktmechanik und Reibung : Von der Nanotribologie bis zur Erdbebendynamik*. 3., aktualisierte Aufl. 2015. Berlin, Heidelberg: Springer, 2015. ISBN: 3662459752 (Sekundärausgabe).
- [194] E. M. Liston. „Plasma Treatment for Improved Bonding: A Review“. In: *The Journal of Adhesion* 30.1-4 (Jan. 1989), S. 199–218. ISSN: 0021-8464. DOI: 10.1080/00218468908048206.
- [195] W. L. Wade, R. J. Mammone und M. Binder. „Surface properties of commercial polymer films following various gas plasma treatments“. en. In: *Journal of Applied Polymer Science* 43.9 (Nov. 1991), S. 1589–1591. ISSN: 1097-4628. DOI: 10.1002/app.1991.070430901.
- [196] A. Hofrichter, P. Bulkin und B. Dré villon. „Plasma treatment of polycarbonate for improved adhesion“. In: *Journal of Vacuum Science & Technology A* 20.1 (Jan. 2002). Publisher: American Vacuum Society, S. 245–250. ISSN: 0734-2101. DOI: 10.1116/1.1430425.
- [197] D. Hegemann, H. Brunner und C. Oehr. „Plasma treatment of polymers for surface and adhesion improvement“. In: *Nuclear Instruments and Methods in Physics Research Section B: Beam Interactions with Materials and Atoms. Ionizing Radiation and Polymers* 208.Supplement C (Aug. 2003), S. 281–286. ISSN: 0168-583X. DOI: 10.1016/S0168-583X(03)00644-X.
- [198] B. W. Muir, S. L. Mc Arthur, H. Thissen, G. P. Simon, H. J. Griesser und D. G. Castner. „Effects of oxygen plasma treatment on the surface of bisphenol A polycarbonate: a study using SIMS, principal component analysis, ellipsometry, XPS and AFM nanoindentation“. en. In: *Surface and Interface Analysis* 38.8 (Aug. 2006), S. 1186–1197. ISSN: 1096-9918. DOI: 10.1002/sia.2363.
-

-
- [199] R. Sharma, E. Holcomb, S. Trigwell und M. Mazumder. „Stability of atmospheric-pressure plasma induced changes on polycarbonate surfaces“. In: *Journal of Electrostatics* 65.4 (Apr. 2007), S. 269–273. ISSN: 0304-3886. DOI: 10.1016/j.elstat.2006.10.001.
- [200] L. Kessler, G. Legeay, A. Coudreuse, P. Bertrand, C. Poleunus, X. V. Eynde, K. Mandes, P. Marchetti, M. Pinget und A. Belcourt. „Surface treatment of polycarbonate films aimed at biomedical application“. In: *Journal of Biomaterials Science, Polymer Edition* 14.10 (Jan. 2003), S. 1135–1153. ISSN: 0920-5063. DOI: 10.1163/156856203769231619.
- [201] N. Li, S. Yu, C. C. Harrell und C. R. Martin. „Conical Nanopore Membranes. Preparation and Transport Properties“. In: *Analytical Chemistry* 76.7 (Apr. 2004), S. 2025–2030. ISSN: 0003-2700. DOI: 10.1021/ac035402e.
- [202] diener electronic. *Aktivieren mit Plasma: Besser Kleben, Lackieren und Bedrucken*. de. Library Catalog: www.plasma.com. URL: <https://www.plasma.com/aktivieren-mit-plasma/>.
- [203] N. Kanini. *Galvanotechnik - Grundlagen, Verfahren und Praxis einer Schlüsseltechnologie*. de. 2., überarbeitete und erweiterte Auflage. Library Catalog: www.hanser-fachbuch.de. München: Hanser Verlag, 2009. ISBN: 978-3-446-41738-0.
- [204] F. Greiner. „Mikro-Nano-Integration für metallische Mikrosysteme mit vertikal integrierten Federelementen“. ger. Volume: 30. Dissertation. Darmstadt: Technische Universität, Okt. 2013.
- [205] J. R. Harris, K. L. Jensen, J. J. Petillo, S. Maestas, W. Tang und D. A. Shiffler. „Practical considerations in the modeling of field emitter arrays with line charge distributions“. In: *Journal of Applied Physics* 121.20 (Mai 2017), S. 203303. ISSN: 0021-8979. DOI: 10.1063/1.4983680.
- [206] K. L. Jensen. „Space charge, emittance, trajectories, and the modeling of field emitter arrays“. In: *Journal of Vacuum Science & Technology B* 29.2 (Jan. 2011). Publisher: American Vacuum Society, 02B101. ISSN: 2166-2746. DOI: 10.1116/1.3523101.
- [207] T. A. de Assis. „Improving the extraction of characteristic field enhancement factors from nonlinear Fowler–Nordheim plots: Call for experimental tests“. In: *Journal of Vacuum Science & Technology B* 33.5 (Juli 2015), S. 052201. ISSN: 2166-2746. DOI: 10.1116/1.4927369.
- [208] T. A. de Assis und F. F. Dall’Agnol. „Minimal domain size necessary to simulate the field enhancement factor numerically with specified precision“. In: *Journal of Vacuum Science & Technology B* 37.2 (Feb. 2019), S. 022902. ISSN: 2166-2746. DOI: 10.1116/1.5063733.
- [209] Sung Nok Chiu, Dietrich Stoyan, Wilfrid S. Kendall und Joseph Mecke. „Point processes I — The Poisson point process“. en. In: *Stochastic Geometry and its Applications*. John Wiley & Sons, Ltd, 2013, S. 35–63. ISBN: 978-1-118-65822-2. DOI: 10.1002/9781118658222.ch02.
- [210] J. Illian, A. Penttinen, H. Stoyan und D. Stoyan. *Statistical Analysis and Modelling of Spatial Point Patterns*. en-us. Wiley-VCH, 2008.
- [211] R. Rudra und D. Biswas. „Verification of shielding effect predictions for large area field emitters“. In: *AIP Advances* 9.12 (Dez. 2019). Publisher: American Institute of Physics, S. 125207. DOI: 10.1063/1.5126674.
- [212] *Wechselstromgrößen - Zweileiter-Stromkreise*. DIN-Norm 40110 Teil 1. März 1994.
- [213] „Prozesstechnik“. de. In: *Mikrosystemtechnik: Prozessschritte, Technologien, Anwendungen*. Hrsg. von U. Hilleringmann. Wiesbaden: Teubner, 2006, S. 15–73. ISBN: 978-3-8351-9022-1. DOI: 10.1007/978-3-8351-9022-1_2.

-
- [214] V. Schuler und J. Twrdek. „Schmelzschweißprozesse“. de. In: *Praxiswissen Schweißtechnik: Werkstoffe, Prozesse, Fertigung*. Hrsg. von V. Schuler und J. Twrdek. Wiesbaden: Springer Fachmedien, 2019, S. 9–96. ISBN: 978-3-658-24266-4. DOI: 10.1007/978-3-658-24266-4_2.
- [215] E. O. Popov, A. G. Kolosko, S. V. Filippov, E. I. Terukov, R. M. Ryazanov und E. P. Kitsyuk. „Comparison of macroscopic and microscopic emission characteristics of large area field emitters based on carbon nanotubes and graphene“. In: *Journal of Vacuum Science & Technology B* 38.4 (Juni 2020). Publisher: American Vacuum Society, S. 043203. ISSN: 2166-2746. DOI: 10.1116/6.0000072.
- [216] D. Biswas und R. Rudra. „Electrostatic shielding versus anode-proximity effect in large area field emitters“. In: *Journal of Vacuum Science & Technology B* 38.2 (März 2020). Publisher: American Vacuum Society, S. 023207. ISSN: 2166-2746. DOI: 10.1116/6.0000033.
- [217] T. A. de Assis, F. F. Dall’Agnol und M. Cahay. „Universal trade-off between proximity and aspect-ratio in optimizing the field enhancement factor of large area field emitters“. In: *Applied Physics Letters* 116.20 (Mai 2020). Publisher: American Institute of Physics, S. 203103. ISSN: 0003-6951. DOI: 10.1063/5.0010140.
- [218] P. A. Anderson. „Work Function of Gold“. In: *Physical Review* 115.3 (Aug. 1959), S. 553–554. DOI: 10.1103/PhysRev.115.553.
- [219] „Grundstrukturen und Anwendungen“. de. In: *Praxiswissen Mikrosystemtechnik: Grundlagen — Technologien — Anwendungen*. Hrsg. von F. Völklein und T. Zetterer. Wiesbaden: Vieweg+Teubner, 2006, S. 143–316. ISBN: 978-3-8348-9105-1. DOI: 10.1007/978-3-8348-9105-1_3.
- [220] J. F. Scott. „Ferroelectrics go bananas“. en. In: *Journal of Physics: Condensed Matter* 20.2 (Dez. 2007). Publisher: IOP Publishing, S. 021001. ISSN: 0953-8984. DOI: 10.1088/0953-8984/20/02/021001.

A. Anhang

A.1. Herleitung des Murphy-Good-Plots

Im Folgenden soll gezeigt werden, wie man die Murphy Good FE-Gleichung, gegeben in Gleichung (2.23), in eine lineare Form bringt. Dazu führt Forbes zunächst einige Definition ein [42]. Zum einen definiert er die Schottky-Konstante c_S über

$$c_S := \sqrt{\frac{e^3}{4\pi\epsilon_0}} \quad (\text{A.1})$$

und das skalierte Feld f über

$$f := c_S^2 \cdot \phi^{-2} \cdot E_L. \quad (\text{A.2})$$

Das Feld $f = 1$ definiert ein Referenzfeld $E_R = c_S^{-2} \phi^2$, bei welchem anschaulich gesprochen die Spitze des Potentialwalls auf die Höhe der Fermi-Energie gesenkt wird. Somit gilt $f = E_L/E_R$. Darüber lässt sich auch ein skaliertes Feld f_C definieren, welches charakteristisch für das Feldemitterarray ist, gemäß

$$f_C = \frac{E_C}{E_R}. \quad (\text{A.3})$$

In der Regel wird an dieser Stelle beispielsweise das Spitzenfeld E_a als charakteristisches Feld E_C angenommen. Außerdem definiert Forbes die beiden Parameter η und θ als

$$\eta(\phi) := b_{\text{FN}} \cdot c_S^2 \cdot \phi^{-\frac{1}{2}} \quad (\text{A.4})$$

$$\theta(\phi) := a_{\text{FN}} \cdot c_S^{-4} \cdot \phi^3. \quad (\text{A.5})$$

Mit diesen Variablen lässt sich die Murphy Good FE-Gleichung, siehe Gleichung (2.23), umschreiben zu

$$I(f_C) = A_f \cdot \theta(\phi) \cdot f_C^2 \cdot \exp\left(-\eta(\phi) \cdot \frac{\nu(f_C)}{f_C}\right). \quad (\text{A.6})$$

A_f beschreibt dabei eine „formelle Emissionsfläche“. Diese beinhaltet das Produkt aus dem Vorfaktor λ mit der fiktiven Emissionsfläche A_n . Beide Faktoren sind in der Regel nicht bekannt bzw. genau bestimmbar und somit für eine Datenanalyse ungeeignet. A_f ist nicht mit einer realen Emissionsfläche gleichzusetzen.

Mit der von Forbes in [40] veröffentlichten Näherung

$$\nu(f) = 1 - f + \frac{1}{6} \ln(f) \quad (\text{A.7})$$

und der Definition des Korrekturfaktors κ

$$\kappa := 2 - \frac{\eta}{6} \quad (\text{A.8})$$

lässt sich Gleichung (A.6) umschreiben zu

$$\Rightarrow I(f_C) = A_f \cdot \theta(\phi) \cdot \exp(\eta(\phi)) \cdot f_C^\kappa \cdot \exp\left(-\frac{\eta(\phi)}{f_C}\right). \quad (\text{A.9})$$

Nun ist die FE-Gleichung in eine Form gebracht, in der die makroskopische Größe I von der abstrakten Größe, dem skalierten, charakteristischen Feld f_C abhängig ist. Es ist jedoch für den praktischen Gebrauch erforderlich, dass eine Abhängigkeit zur makroskopisch angelegten Spannung U hergestellt wird. Dies geschieht mit der sogenannten „voltage conversion length“ (VCL) χ_C , welche definiert ist über

$$\chi_C = \frac{U}{E_C}. \quad (\text{A.10})$$

Diese verbindet das charakteristische Feld E_C mit der makroskopisch angelegten Spannung U . Für ein ideales System ist die VCL χ_C eine konstante und genau definierte Größe. In einem realen System können beispielsweise Serienwiderstände in den Zuleitungen, Raumladungseffekte oder auch die Stromabhängigkeit der Feldverstärkung dazu führen, dass χ_C nicht konstant ist. Im weiteren Verlauf wird von einem idealen System ausgegangen. Dann lässt sich f_C umformen zu

$$f_C = \frac{E_C}{E_R} = \frac{U}{\chi_C} \cdot \frac{\chi_C}{U_R} = \frac{U}{U_R}. \quad (\text{A.11})$$

Dabei beschreibt U_R eine Referenzspannung, bei der an dem „charakteristischen“ Ort das Feld E_R erzeugt wird und so die Spitze des Potentialwalls auf die Höhe der Fermi-Energie gesenkt wird. Damit lässt sich Gleichung (A.9) umschreiben zu

$$I(U) \approx (A_f \cdot \theta(\phi) \cdot \exp(\eta(\phi)) \cdot U_R^{-\kappa}) \cdot U^\kappa \cdot \exp\left(-\eta(\phi) \cdot \frac{U_R}{U}\right) \quad (\text{A.12})$$

$$\Rightarrow \ln(I/U^\kappa) \approx \ln(A_f \cdot \theta(\phi) \cdot \exp(\eta(\phi)) \cdot U_R^{-\kappa}) - \eta(\phi) \cdot \frac{U_R}{U}. \quad (\text{A.13})$$

Da die in dem Term $\ln(A_f \cdot \theta(\phi) \cdot \exp(\eta(\phi)) \cdot U_R^{-\kappa})$ vorkommenden Größen als Konstanten angesehen werden, liegt nun eine lineare Gleichung zwischen $\ln(I/U^\kappa)$ und $1/U$ vor. Somit lässt sich durch den linearen Fit experimenteller Daten im MG-Plot aus der Steigung $s_{\text{MG,fit}}$ und dem Ordinatenabschnitt $r_{\text{MG,fit}}$ die formale Fläche A_f , die VCL χ_C und der charakteristische Feldverstärkungsfaktor γ_C extrahieren. Auf eine Extraktion der formalen Fläche A_f wird aber verzichtet. Für die Steigung $s_{\text{MG,fit}}$ gilt

$$s_{\text{MG,fit}} = -\eta(\phi) \cdot U_R = -b \cdot \phi^{\frac{3}{2}} \cdot \chi_C \quad (\text{A.14})$$

$$\Rightarrow \chi_C = -\frac{s_{\text{MG,fit}}}{b \cdot \phi^{\frac{3}{2}}} \quad (\text{A.15})$$

$$\Rightarrow \gamma_C = \frac{d_M}{\chi_C}. \quad (\text{A.16})$$

Dabei ist d_M die zur Definition des Feldverstärkungsfaktors γ_C verwendete Länge im System, in der Regel der Abstand d_{CE} zwischen Kathode und Gegenelektrode.

A.2. FEM-Simulationen der Temperaturverteilung in der Ätzzelle

Nach der Ausgestaltung der Teflonummantelung und der zugehörigen Heizplatte wurden FEM-Simulationen mit dem Programm COMSOL MULTIPHYSICS® durchgeführt, um den zeitlichen Verlauf der Temperaturverteilung in der Ätzzelle zu untersuchen [12].

In Abbildung A.1 sind die simulierten Verläufe verschiedener Messpunkte an Heizplatte und Teflonummantelung zu sehen, wenn eine Temperatur von 50 °C an den Heizpatronen vorgegeben wird. Die Positionen der Messpunkte sowie die simulierte Temperaturverteilung nach einer Stunde sind in Abbildung A.2 dargestellt.

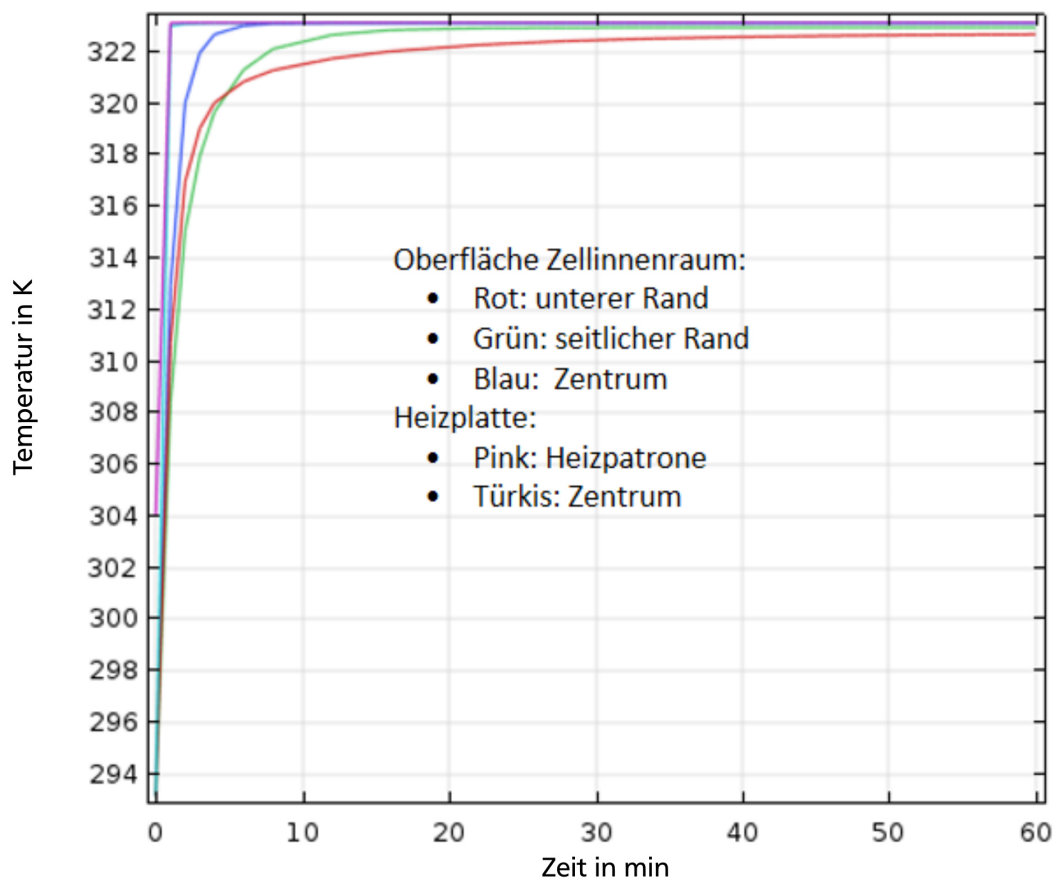


Abbildung A.1.: Simulierte Verläufe der Temperatur an den in Abbildung A.2 dargestellten Messpunkten. Dabei wird eine konstante Temperatur von 50 °C an den Heizpatronen vorgegeben.

Die Simulationen wurden ohne Annahme eines Mediums im Prozessbereich durchgeführt. Durch das Befüllen des Prozessbereichs mit DI-H₂O ist aber eine homogenere Temperaturverteilung zu erwarten. Aus diesem Grund und da den Simulationen zufolge die Temperatur im Kammerzentrum bereits nach 15 min die Zieltemperatur erreicht, wird diese Zeitdauer als Empfehlung für den Aufheizvorgang ausgesprochen. Nachfolgende Messungen mit der aufgebauten Ätzkammer bestätigen, dass die Temperatur im Prozessbereich nach 15 min der Zieltemperatur entspricht.

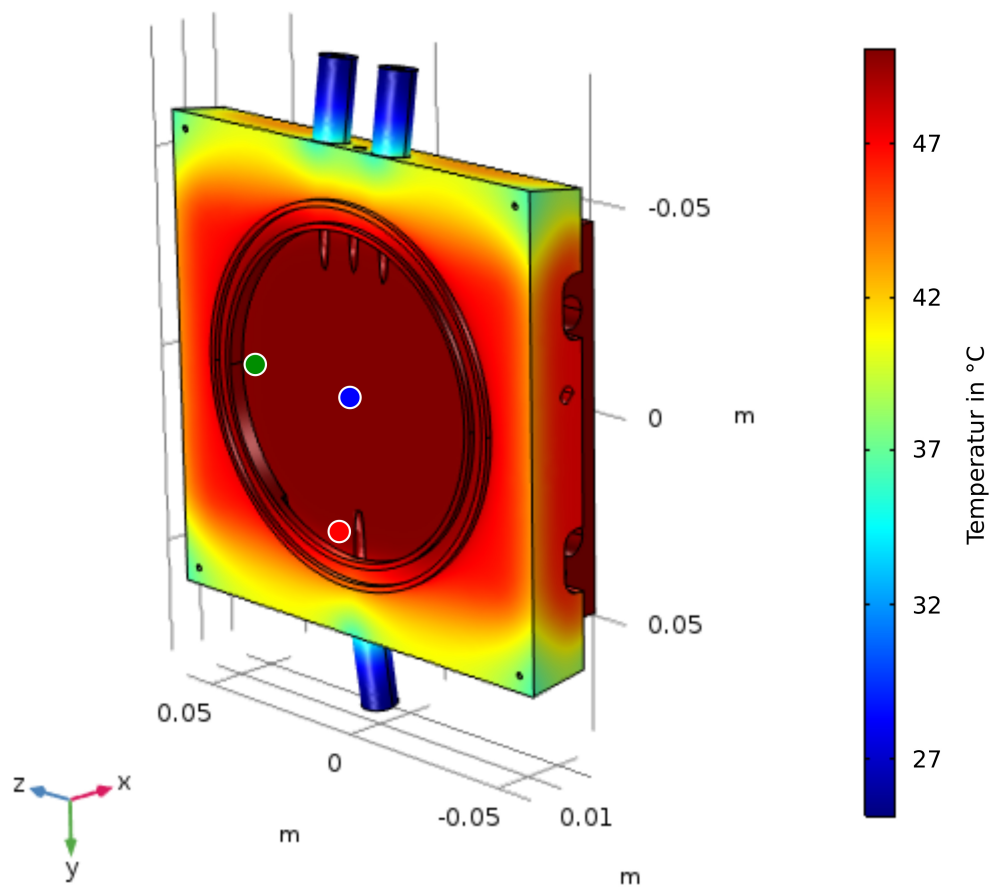


Abbildung A.2.: Temperaturverteilung an der Teflonummantelung nach 1 h und Messpunkte der Simulation.

A.3. Foto der Ätzzelle im geschlossenen Zustand

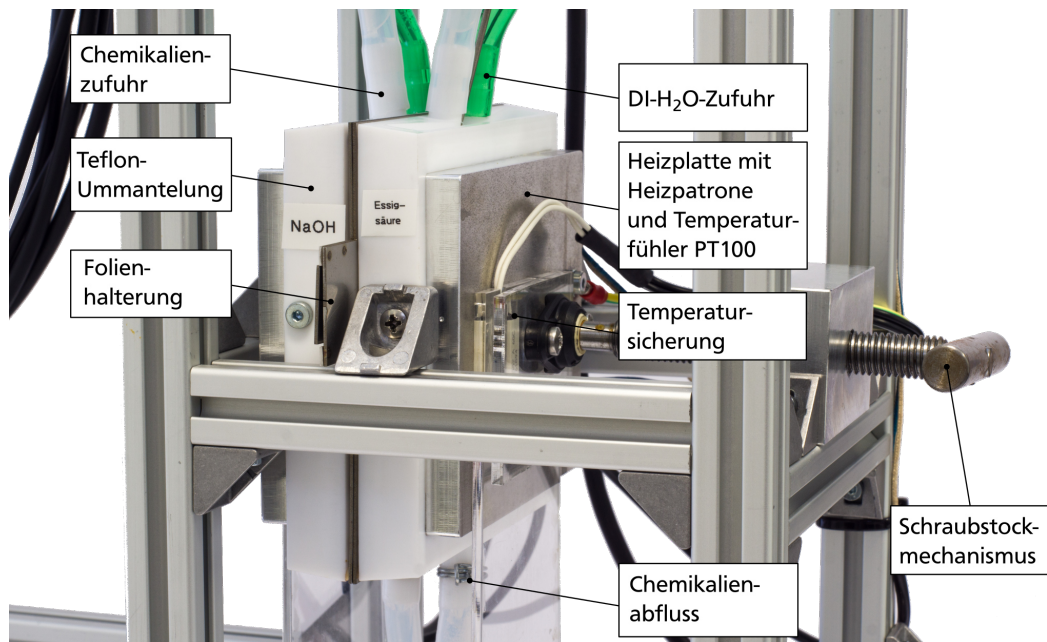


Abbildung A.3.: Foto der im Rahmen der Veranstaltung „Praktische Entwicklungsmethodik“ entwickelten Ätzzelle zur asymmetrischen Ätzung von Polymermembranen im geschlossenen Zustand.

A.4. Ausführliches Prozessprotokoll

Polymermembranen ätzen

Benötigte Utensilien:

1. Polycarbonat-Folie (it4ip)
2. Schere
3. Ätzzelle
4. Ätzlösung (50% Methanol, 50% 9M Natronlauge)
5. Ätzstopplösung (10% Essigsäure, 90% Di-H₂O)
6. Heizplatte
7. Wasserbehälter und Di-H₂O
8. Potentiostat + Kontrollrechner

Prozessablauf:

Prozessschritt	Spezifikationen/Anmerkungen
Wasserbad vorbereiten	Wasserbad für Chemikalien, Zieltemperatur: 48 °C bis 50 °C
Folie und Ätzzelle vorbereiten	Folie zuschneiden und beschriften (NaOH-Seite, Dichte, Temperatur), Folie in Halterung legen und in Ätzzelle einführen und Zelle zuschrauben („NaOH“ in Richtung der entsprechend beschrifteten Halbzelle)
Ätzzelle aufheizen	DI-Wasser einführen, Temperaturreglung einschalten, Temperatur einstellen und 15 Minuten warten, (bei einer Zieltemperatur von 48 °C bis 50 °C)
Elektrik und Elektronik vorbereiten	Wichtig: Anschlüsse überprüfen (Potentiostatausgänge mit Messkarte und mit Ätzzelle verbunden?), Potentiostaten einschalten (Einstellungen siehe PEM-Bericht, [12]), Python-Programm starten (run main in PyCharm), Ggf. maximalen Ionenstrom einstellen, ansonsten genügend hohen Schwellenstrom eingeben (bspw. 4 mA)
Membran ätzen	Messung starten Schnellstmöglich und gleichmäßig Chemikalien einfüllen, Bei Erreichen des maximal gewollten Ionenstroms spült die Zelle selbständig, ansonsten auf „Spülen“ klicken, Messzelle aufschrauben und Folie aus Halterung entnehmen Folie in Di-H ₂ O-Becken spülen, trocknen Folie mit Schlüsselparametern beschriften (Schwellenstrom, Spannung, Temperatur)

Glaswafer säubern

Benötigte Utensilien:

1. 11 mittels Ultraschallbohren mit Durchführungen versehene Glaswafer (11 Stück entsprechen 1 Ladung in der Aufdampfanlage)
2. 2 Glasschalen
3. Aceton
4. Isopropanol
5. Waferbox

Prozessablauf:

Prozessschritt	Spezifikationen/Anmerkungen
Glaswafer säubern	erst in Glasschale mit Aceton und anschließend in Glasschale mit Isopropanol reinigen, anschließend Wafer in Box deponieren

Glaswafer bedampfen lassen

Standardmäßig mit 20 nm Chrom und 300 nm Gold bedampfen

Wafer belacken (Sprühbelackung) und strukturieren

Benötigte Utensilien:

1. 1 Dose P20-Sprühlack
2. Hot Plate inkl. Abdeckung
3. Schutzpapier
4. Absaugung
5. Photolithographiemaske
6. Belichter
7. Wippschüttler
8. Glasschalen
9. Timer
10. Chemikalien: P20-Entwickler (7 g NaOH auf 1 l Di-H₂O), Di-H₂O, TechniEtch Cr01 (Chrom-Ätze), Gold-Ätze (4 g KI : 1 g J₂ : 40 ml Di-H₂O), Aceton, Isopropanol,

Prozessablauf:

Prozessschritt	Spezifikationen/Anmerkungen
Hotplate vorbereiten	Hotplate inkl. Abdeckung und Wafer auf Schutzpapier auf 125 °C aufheizen, Wartezeit ca. 15 min
Sprühbelackung	Absaugung anschalten, für Belackung Licht ausschalten, P20-Entwickler einmal kurz „freisprühen“ in kurzen, mäandernden Sprühbewegungen Wafer belacken: dazu sprühen, 90° drehen und nochmals besprühen, 90° drehen, warten (15 s), insgesamt ca. 6 mal wiederholen
Belichtung	Photolithografiemaske einsetzen, kein Filter, Belichtungszeit: 90 s
Entwicklung	für 3 min in P20-Entwickler (s.o.) entwickeln, anschließend in Wasserbad säubern
Strukturierung	über nasschemisches Ätzen mit Goldätz- und Chromätz jeweils nasschemisch strukturieren
Lack strippen	nasschemisch mit Aceton und Isopropanol den Lack von den Wafern entfernen

Galvanikmaskierung aufbringen (Sprühbelackung) und strukturieren

Dieser Schritt ist weitestgehend identisch mit dem vorherigen Prozessschritt. Als Galvanikmaskierung wird eine Schicht P20-Lack aufgesprüht und wie oben beschrieben strukturiert.

Vorbereitung der Galvanische Abscheidung inkl. Plasmaaktivierung der Polymembran

Benötigte Utensilien:

1. Polypropylenfolie
2. Kaptonband
3. Kupferklebeband
4. Schwamm
5. Schere
6. Folienstift (permanent)
7. Goldbad SF Goldelektrolyt (Metakem)
8. Diener Plasmaanlage
9. Glasbügelhalterung für Polymermembranen
10. Pinzetten mit runden Spitzen

Prozessablauf:

Prozessschritt	Spezifikationen/Anmerkungen
Wafer vorbereiten (I)	Wafer auf Rückseite zur Abdeckung der Durchführungen mit Polypropylen-Folie bekleben, Gold-Metallisierung mit Kupfer-Band kontaktieren und Kupferband mit Kapton-Band abkleben
Schwamm vorbereiten	Schwamm in einen Waferaufnehmer der Galvanik einlegen und bei hohem Druck zusammengepresst lassen (idealerweise ca. 24 h vor der galvanischen Abscheidung)
Plasmaaktivierung der Polymermembran vorbereiten	Diener-Anlage anschalten, Sauerstoff-Zufuhr sicherstellen, Prozess auswählen bzw. festlegen (100% Leistung, 0,5 mbar, 2 min), probeweise laufen lassen Während Plasma läuft: Polymermembran nah an geätzter Fläche (optisch als milchige Fläche erkennbar) beschriften und anschließend zuschneiden, mit 2 Streifen Kaptonband an Glasbügel aufkleben, dabei möglichst wenig Fläche abdecken, Bügel auf Halterung aufhängen
Plasmaaktivierung	Glashalterung mit Polymermembranen auf Bügeln in Diener-Anlage stellen und Plasma gemäß den genannten Einstellungen ausführen
Wafer vorbereiten (II)	Wafer in Waferaufnehmer der Mikrogalvanikanlage einspannen und ca. 5 ml Elektrolyt einfüllen, Waferfläche vollständig benetzen
Polymermembran einlegen	Membran von Bügel lösen (mit Pinzette), dabei möglichst geringen Kontakt mit Oberfläche um Aktivierung nicht , mit der Seite mit den Konenbasis auf den Wafer in den Elektrolyt legen und nochmals 5 ml Elektrolyt auf Folie geben. Die Membran sollte nun vom Elektrolyt vollständig benetzt werden

Galvanische Abscheidung

Benötigte Utensilien:

1. Mikrogalvanikanlage
2. Goldbad SF Goldelektrolyt (Metakem)
3. Potentiostat
4. Kabel mit Krokoklemmen

Prozessablauf:

Prozessschritt	Spezifikationen/Anmerkungen
Schwamm einlegen	vorgepressten Schwamm mit circa 30 ml Goldelektrolyt tränken, in Waferaufnehmer inkl. Wafer und in Elektrolyt befindlicher Polymermembran
Waferhalterung einspannen und aufheizen	Goldgegenelektrode ebenfalls in Waferaufnehmer einlegen und die gesamte Halterung mit Galvanikkopf zusammenpressen (Presskraft ca. 300 N), Heizplatte auf 55 °C einstellen, ca. 30 min warten bis der Gesamtaufbau auf die Zieltemperatur aufgeheizt ist
Galvanische Abscheidung	Kupferklebebander am Wafer (Kathode) und Gegenelektrode (Anode) mittels Krokoklemmen mit dem Potentiostat verbinden und Schrittmotor zyklisch ansteuern, so dass Elektrolyt im Schwamm durch die Pressbewegung regelmäßig ausgetauscht wird Abscheidespannung 0,4 V, Dauer ca. 2 h

Konen freilegen

Benötigte Utensilien:

1. Glasschalen mit Deckeln
2. Chemikalien: Dichlormethan, Aceton, Isopropanol, Di-H₂O

Prozessablauf:

Prozessschritt	Spezifikationen/Anmerkungen
Vorbereitung	Dichlormethan in Petrischale füllen, abdecken!
Polymermembran nasschemisch entfernen	Wafer in Dichlormethan für 15 min legen, anschließend in Aceton-, Isopropanol- und Di-H ₂ O-Bad reinigen für gründliche Reinigung vorherigen Schritt nochmals wiederholen

Wafer vereinzeln

Benötigte Utensilien:

1. Hotplate
2. Photoresist maP-1215
3. Aceton
4. Isopropanol

Prozessablauf:

Prozessschritt	Spezifikationen/Anmerkungen
Vorbereitung	Wafer auf nivellierte Hotplate legen, und maP-1215 vorsichtig auf Wafer gießen, so dass Strukturen geschützt sind, über Nacht bei 40 °C trocknen lassen
Vereinzeln	mit Wafersäge gemäß Sägemarkierungen
Lack entfernen	map-1215 in Aceton und Isopropanol auflösen

A.5. Modellierung eines Arrays basierend auf der Beeinflussung nächster Nachbarn

Das nachfolgend vorgestellte Modell wurde im Rahmen der Masterarbeit von Christa [13] und sollte auf vergleichsweise einfache Weise eine optimale Emitterdichte für ein LAFE mit zufälliger Emitterverteilung und beliebiger Emittergeometrie vorhersagen. Es beruht dabei auf der Annahme, dass lediglich der nächstgelegene (Nachbar-)Emitter das Emissionsverhalten beeinflusst. Der Einfluss weiterer Nachbarn wird vernachlässigt. Dazu wird der Einfluss des direkten nächsten Nachbarn über FEM-Simulationen im elektrostatischen Fall bestimmt, indem das Feld auf der Oberfläche des Emitters in Abhängigkeit von der Entfernung des nächsten Nachbarn bestimmt wird. Anschließend wird mithilfe der Murphy Good FE-Gleichung, gemäß Gleichung (2.23), der lokale Emissionsstrom berechnet und ein Gesamtstrom pro Konus ermittelt.

Für die Bestimmung der makroskopischen Emissionsstromdichte j_M des LAFE wird die Verteilung der Abstände zum nächsten Nachbarn hergeleitet, der Erwartungswert der Verteilung sowie Gleichung (5.22) verwendet. Für die Bestimmung des Erwartungswertes werden zwei Ansätze verfolgt. Zum einen steht die Herleitung mittels PPPT zur Verfügung, wie in Kapitel 5.1.5 diskutiert, und zum anderen die Herleitung der exakten Verteilung der Abstände d_{NN} über Mengenlehre unter Berücksichtigung von Randeffekten. Der Ansatz über die PPPT ist vollständig analytisch, vernachlässigt aber Randeffekte, da nur unendlich ausgedehnte Elektroden betrachtet werden. Der Ansatz mittels Mengenlehre berücksichtigt die Randeffekte, liefert aber nur eine numerisch bestimmbare Lösung. Dieser Ansatz ist im Detail in Anhang A.6 dargestellt und wird im Folgenden verwendet. Es ist zudem anzumerken, dass das Modell dynamische Effekte wie beispielsweise Raumladungen vernachlässigt und rein elektrostatisch ist.

Die Simulation des elektrostatischen Feldes wird mit Hilfe des Programms Electrostatic Solver der CST Studio Suite 2018 durchgeführt. In Abbildung A.4 ist die Simulationsanordnung aus zwei konischen Emitterspitzen, welche zwischen zwei parallel angeordneten Kreiselektroden platziert sind, illustriert und in Tabelle A.1 sind die Werte für die gewählte Geometrie aufgelistet.

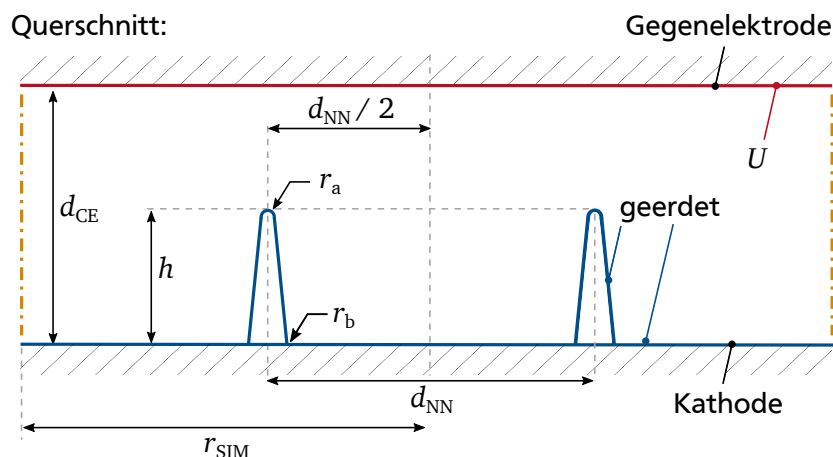


Abbildung A.4.: Schematische Darstellung des Simulationsraumes im Querschnitt zur Modellierung von zufällig verteilter LAFE allein unter Berücksichtigung des Einflusses des nächstgelegenen Nachbaremitters. Die Simulationsraumeigenschaften werden in Kapitel 5.1.4 ausführlich diskutiert.

Parameter	Wert
Anoden-Kathoden-Abstand d_{CE}	120 μm
Abstand der 2 Konen d_{NN}	variiert
Höhe h	24 μm
Basisradius r_b	1,75 μm
Spitzenradius r_a	25 nm
Angelegte Spannung U	variiert

Tabelle A.1.: Simulationsparameter für die Untersuchung der gegenseitigen Beeinflussung zweier Konen. Die Spannung wird zwischen Kathode und Anode angelegt.

Die Parameter orientieren sich an den Geometrien von Konen, welche im Rahmen der Voruntersuchungen zur Feldemission hergestellt wurden. Die Modellierung lässt sich aber auch für andere, beliebige Emittergeometrien durchführen.

Um den Einfluss des nächsten Nachbarn zu untersuchen, wird der Abstand d_{NN} zwischen den beiden Emittern variiert und das vom Abstand abhängige elektrische Feld simuliert. Für die Murphy Good FE-Gleichung werden 4,82 eV als Austrittsarbeit für Gold verwendet [218].

Der Verlauf des Feldverstärkungsfaktors γ_1 und des Emissionsstromes i_1 eines Konus in Abhängigkeit vom Abstand d_{NN} zwischen den beiden Konen ist in den Abbildung A.5 (a) und A.5 (b) dargestellt. Um den Verlauf zu modellieren, wurde zunächst der Verlauf des Feldverstärkungsfaktors $\gamma_1(d_{NN})$ mithilfe der Funktion

$$\gamma_1(d_{NN}) = \gamma_0 \cdot \left(1 - \exp(b \cdot (d_{NN} + c))^d\right) \quad (\text{A.17})$$

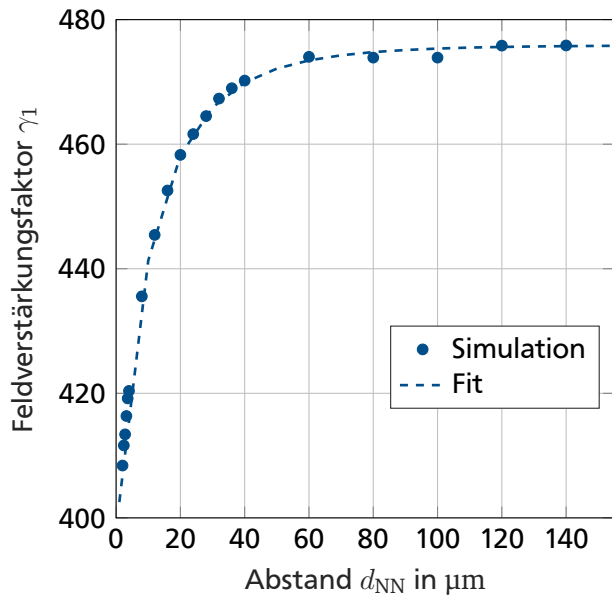
gefittet, welche eine Erweiterung der von Harris et al. verwendeten Funktion darstellt [64]. Dabei stellt γ_0 den Feldverstärkungsfaktor eines einzelnen Emitters ohne den Einfluss anderer Emitters dar. a , b , c und d sind Fitparameter. Die Erweiterung um den Fitparameter d notwendig, um den Verlauf der Simulationsergebnisse nachbilden zu können.

Der Emissionsstrom eines Konus ergibt sich daraus über

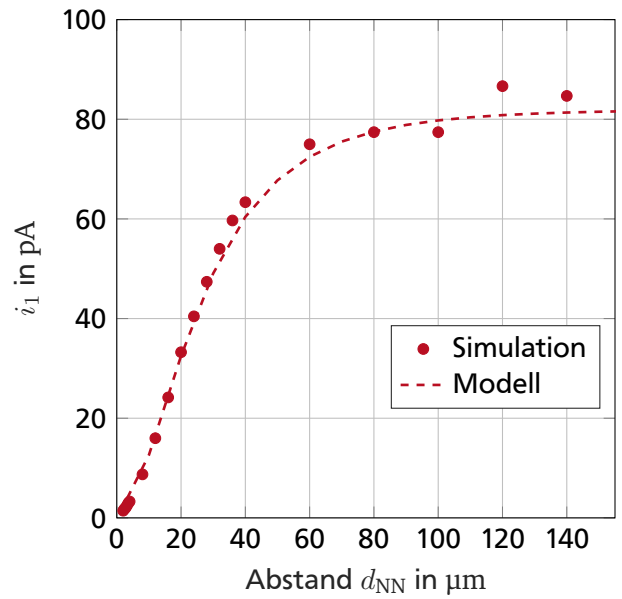
$$i_1 = 2\pi r_a \cdot g(E_a) \cdot j_a^{\text{MG}}(E_a) \quad (\text{A.18})$$

mit dem Spitzenradius r_a , dem spannungsabhängigen Geometriefaktor $g(E_a)$, siehe Kapitel 5.1.4, und die aus der Murphy Good FE-Gleichung resultierenden Spitzenstromdichte $j_a^{\text{MG}}(E_a)$. Die Feldstärke E_a an der Emitterspitze ergibt sich über Multiplikation des makroskopisch angelegten elektrischen Feldes E_M mit dem Feldverstärkungsfaktor $\gamma_1(d_{NN})$.

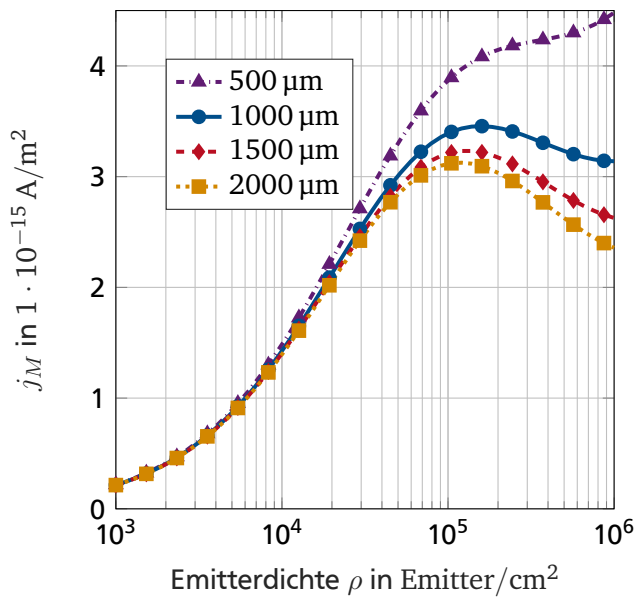
Man erkennt deutlich, dass die Feldverstärkung und damit auch der Emissionsstrom absinken, sobald der nächstgelegene Emitter einen Abstand von weniger als der doppelten Höhe des Emitters einnimmt. In dem vorliegenden Fall entspricht das einem Abstand von weniger als 48 μm . Diese Beobachtung stimmt mit den Ergebnissen von Bonard überein [61]. Jedoch ist der Abfall weniger rapide als bei Bonard. Insbesondere fällt der Feldverstärkungsfaktor nicht auf den zu erwartenden Wert von d_{CE}/h ab für den theoretische Grenzfall einer unendlich hohen Emitterdichte, welche wiederum einer flächigen Kathode entspräche und identisch mit dem Grenzfall $\lim_{d_{NN} \rightarrow 0}$ ist. Dies liegt daran, dass lediglich zwei Emitters betrachtet werden und nicht weitere Emitters, welche ebenfalls zur Abschattung eines einzelnen Konus beitragen.



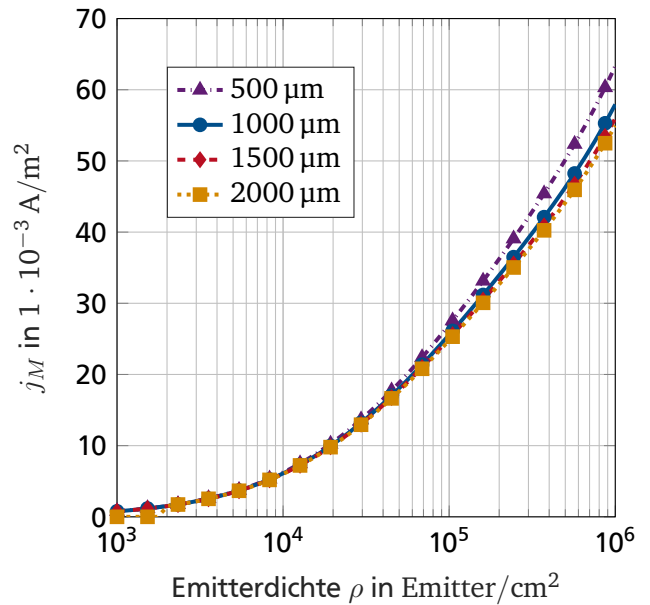
(a) Simulationsergebnisse und Fit für den Feldverstärkungsfaktor eines Emitters γ_1 in Abhängigkeit vom Abstand zum nächsten Emittter. Die Fitfunktion ist in Gleichung (A.17) gegeben.



(b) Simulationsergebnisse und modellierter Verlauf für den mittleren Emissionsstrom eines Emitters i_1 in Abhängigkeit vom Abstand zum nächsten Emittter bei einer Spannung von 800 V. Die Fitfunktion ist in Gleichung (A.18) gegeben.



(c) Verlauf der makroskopischen Stromdichte j_M von LAFE angeordnet auf einer kreisförmigen Fläche mit Radien von 500 bis 2000 μm in Abhängigkeit von der Emittterdichte bei einer angelegten Spannung u_M von 400 V.



(d) Verlauf der makroskopischen Stromdichte j_M von LAFE angeordnet auf einer kreisförmigen Fläche mit Radien von 500 bis 2000 μm in Abhängigkeit von der Emittterdichte bei einer angelegten Spannung u_M von 800 V.

Abbildung A.5.: Ergebnisse der FEM-Simulationen und modellierter Verlauf für den Feldverstärkungsfaktor $\gamma_1(d_{NN})$ und den Emissionsstrom $i_1(d_{NN})$ eines Emitters in Abhängigkeit vom Abstand d_{NN} zwischen den beiden Konen, sowie Verlauf der makroskopischen Stromdichte j_M von LAFE angeordnet auf einer kreisförmigen Fläche mit Radien von 500 bis 2000 μm in Abhängigkeit von der Emittterdichte sowohl für eine angelegte Spannung u_M von 400 V (c) als auch von 800 V (d).

Infolgedessen sagt dieses Modell eine unrealistisch hohe optimale Emitterdichte voraus, denn die Abschätzung und Senkung der Feldverstärkung bei hohen Dichten wird systematisch unterschätzt. Dies zeigt sich insbesondere, wenn man die makroskopischen Emissionstromdichten gemäß Gleichung (5.22) bestimmt. In Abbildung A.5 (c) und (d) sind die Verläufe der makroskopischen Emissionsstromdichte j_M verschieden groß, auf einer kreisförmigen Fläche mit dem Radius r_C angeordneter LAFE in Abhängigkeit von der Dichte sowohl für eine angelegte Spannungen u_M von 400 V als auch von 800 V dargestellt sind. Für 400 V werden unrealistisch niedrige Emissionsstromdichten vorhergesagt, so dass bei dieser Spannung keinerlei Emissionsstrom nachweisbar wäre. Jedoch ist zu erkennen, dass in diesem Falle die vom Modell vorhergesagte optimale Emitterdichte ρ im Bereich von $1 \cdot 10^5$ Emitter/cm² liegt. Für 800 V ist kein Maximum im Bereich realistischen Emitterdichten zwischen $1 \cdot 10^3$ und $1 \cdot 10^6$ Emitter/cm² vorhergesagt.

Folglich ist dieses stark vereinfachte Modell nicht geeignet zur Modellierung zufällig verteilter LAFE.

A.6. Ansatz zur Bestimmung des exakten mittleren spacings innerhalb eines Emitterarrays

Mit einem Ansatz über die Mengenlehre lassen sich die Randeffekte einer endlichen Elektrode berücksichtigen und in der Bestimmung des mittleren spacings implementieren.

Im Folgenden werden Flächen im Sinne von Mengen behandelt und mit \mathbb{S} (von engl. „set“) notiert, wohingegen der Flächeninhalt der Fläche \mathbb{S} mit dem Buchstaben A gekennzeichnet wird. Es wird eine kreisförmige Fläche für die Kathode angenommen, welche im Folgenden mit \mathbb{S}_C beschrieben wird. Der Radius der Fläche \mathbb{S}_C sei r_C und der Flächeninhalt damit $A_C = \pi r_C^2$. Jedem Emitter auf der Kathodenfläche \mathbb{S}_C werden Koordinaten in der Polarform $\vec{x} = (r, \varphi)$ zugewiesen, wobei die Koordinaten dem Mittelpunkt der Emitterbasisfläche entsprechen und der Koordinatenursprung im Mittelpunkt der Kathodenfläche \mathbb{S}_C liegt, wie in Abbildung A.6 dargestellt. Jedem Emitter wird zudem eine Fläche $\mathbb{S}_i(\vec{x})$ zugeordnet.

Zur Veranschaulichung der Herleitung werden zunächst nur zwei Emitter auf der Kathode betrachtet. Ein „Referenzemitter“ befinde sich an einem beliebigen Ort \vec{x} auf der Kathodenfläche \mathbb{S}_C . Dem Referenzemitter zugehörig sei eine kreisförmige Fläche $\mathbb{S}_{\text{ref}}(\vec{x})$ mit dem Radius d , welche je nach Position des Referenzemitters vollständig oder nur teilweise innerhalb der Kathodenfläche liegt. Beispielhaft sind zwei Fälle in Abbildung A.6 veranschaulicht. Nimmt man einen zweiten Emitter mit zufälliger Position an, sei der Abstand zwischen den beiden Emitttern d_{sep} . Die Wahrscheinlichkeit, dass der zweite Emitter außerhalb zum Referenzemitter zugehörigen Fläche $\mathbb{S}_{\text{ref}}(\vec{x})$ liegt, ist dann gegeben über

$$P_1^{(i)}(d_{\text{sep}} > d) = 1 - \frac{A_{\text{com}}(\vec{x}, d)}{A_C}, \quad (\text{A.19})$$

wobei A_{com} den Flächeninhalt der Schnittfläche \mathbb{S}_{com} der beiden Flächen \mathbb{S}_{ref} und \mathbb{S}_C bezeichnet, gemäß

$$\mathbb{S}_{\text{com}} = \mathbb{S}_{\text{ref}}(\vec{x}) \cap \mathbb{S}_C. \quad (\text{A.20})$$

Die Größe des Flächeninhalts A_{com} ist offensichtlich von der Position \vec{x} und dem Radius d abhängig. Wie in Abbildung A.6 gezeigt, lassen sich zwei Fälle unterscheiden. Im Fall (I) liegt die dem Referenzemitter zugehörige Fläche \mathbb{S}_{ref} vollständig innerhalb der Kathodenfläche \mathbb{S}_C , im Fall (II) nur teilweise. Da die Position des zweiten Emitters beliebig auf der Kathodenfläche liegt, muss die Wahrscheinlichkeit $P_1^{(i)}(d_{\text{sep}} > d)$,

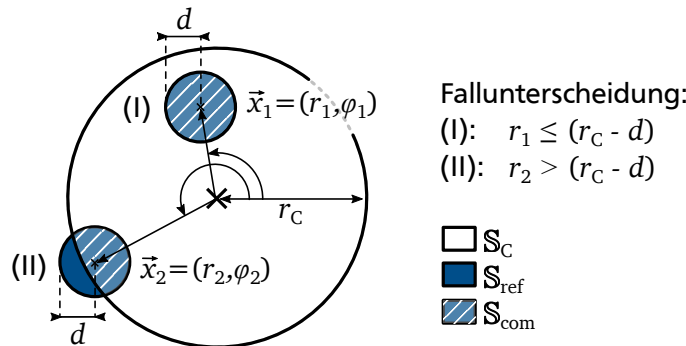


Abbildung A.6.: Illustration, wie die Schnittfläche \mathbb{S}_{com} aus Kathodenfläche \mathbb{S}_C und der dem Referenzemitter zugeordneten Fläche $\mathbb{S}_{\text{ref}}(\vec{x})$ von der Position \vec{x} abhängt.

dass der zweite Emitter außerhalb der Fläche \mathbb{S}_{ref} liegt, korrekterweise über den Erwartungswert bestimmt werden. Folglich gilt

$$P_1^{\text{av.}}(d_{\text{sep}} > d) = E \left[1 - \frac{A_{\text{com}}(\vec{x}, d)}{A_{\text{C}}} \right], \quad (\text{A.21})$$

wobei $E(z)$ den statistischen Erwartungswert der Größe z bezeichnet.

Nun wird die Situation unter der Annahme betrachtet, dass n Emitter, also der Referenzemitter und $n - 1$ weitere Emitter, zufällig und vollständig homogen verteilt auf der Kathodenfläche angeordnet sind. Dann ist die Wahrscheinlichkeit $P_{n-1}^{\text{av.}}(d_{\text{sep}} > d)$, dass keiner der $n - 1$ Emitter innerhalb der Referenzemitterfläche \mathbb{S}_{ref} befindet,

$$P_{n-1}^{\text{av.}}(d_{\text{sep}} > d) = E \left[\left(1 - \frac{A_{\text{com}}(\vec{x}, d)}{A_{\text{C}}} \right)^{n-1} \right]. \quad (\text{A.22})$$

Die Wahrscheinlichkeit $P_{n-1}^{\text{av.}}(d_{\text{sep}} > d)$ kann auch so interpretiert werden, dass alle Emitter einen Abstand d_{NN} zu dem jeweils nächstgelegenen Emitter größer als der Radius d ist. Damit ergibt sich für die Wahrscheinlichkeit den nächstgelegenen Nachbarn innerhalb des Radius d zu finden aus

$$P(d_{\text{NN}} \leq d) = 1 - \frac{1}{A_{\text{C}}^{n-1}} \cdot E \left[(A_{\text{C}} - A_{\text{com}})^{n-1} \right] \quad (\text{A.23})$$

$$= 1 - \frac{1}{A_{\text{C}}^n} \cdot \int_0^{r_{\text{C}}} \int_0^{2\pi} (A_{\text{C}} - A_{\text{com}})^{n-1} r \, d\varphi \, dr \quad (\text{A.24})$$

$$= 1 - \frac{2\pi}{A_{\text{C}}^n} \cdot \int_0^{r_{\text{C}}} (A_{\text{C}} - A_{\text{com}})^{n-1} r \, dr. \quad (\text{A.25})$$

Um den exakten Wert zu bestimmen, gilt es alle Variationen des Flächeninhalts A_{com} zu berücksichtigen und den Erwartungswert für alle Koordinaten \vec{x} auf der Kathodenfläche \mathbb{S}_{C} zu bilden. Dazu lässt sich das Integral gemäß der zwei bereits diskutierten Fälle (I) und (II) aufteilen. Mit einem Integral mit den Grenzen von 0 bis $r_{\text{C}} - d$ ist der Fall (I) abgedeckt. Mit einem Integral von $r_{\text{C}} - d$ bis r_{C} wird der Fall (II) beschrieben. Dies führt zu

$$P(d_{\text{NN}} \leq d) = 1 - \frac{2\pi}{A_{\text{C}}^n} \cdot \int_0^{r_{\text{C}}-d} (A_{\text{C}} - \pi \cdot d^2)^{n-1} r \, dr \quad (\text{A.26})$$

$$- \frac{2\pi}{A_{\text{C}}^n} \cdot \int_{r_{\text{C}}-d}^{r_{\text{C}}} (A_{\text{C}} - A_{\text{com}})^{n-1} r \, dr \quad (\text{A.27})$$

$$= 1 - \left(\frac{r_{\text{C}}^2 - d^2}{r_{\text{C}}^2} \right)^{n-1} \cdot \frac{(r_{\text{C}} - d)^2}{r_{\text{C}}^2} \quad (\text{A.28})$$

$$- \frac{2\pi}{A_{\text{C}}^n} \cdot \int_{r_{\text{C}}-d}^{r_{\text{C}}} (A_{\text{C}} - A_{\text{com}})^{n-1} r \, dr. \quad (\text{A.29})$$

Diese Wahrscheinlichkeit kann als kumulative Wahrscheinlichkeitsverteilung von d_{NN} angesehen werden. Der erste Term beschreibt die Verteilung im inneren Bereich der Kathodenfläche, wohingegen der zweite Term die Verteilung am Rand repräsentiert.

Die Wahrscheinlichkeitsdichtefunktion $f_{d_{\text{NN}}}$ ergibt sich wiederum über die Ableitung von $P_n(d_{\text{NN}} \leq d)$ nach d . Dabei ist nur der Term für das Innere der Kathodenfläche analytisch herleitbar. Die Ableitung für den Randterm muss numerisch bestimmt werden.

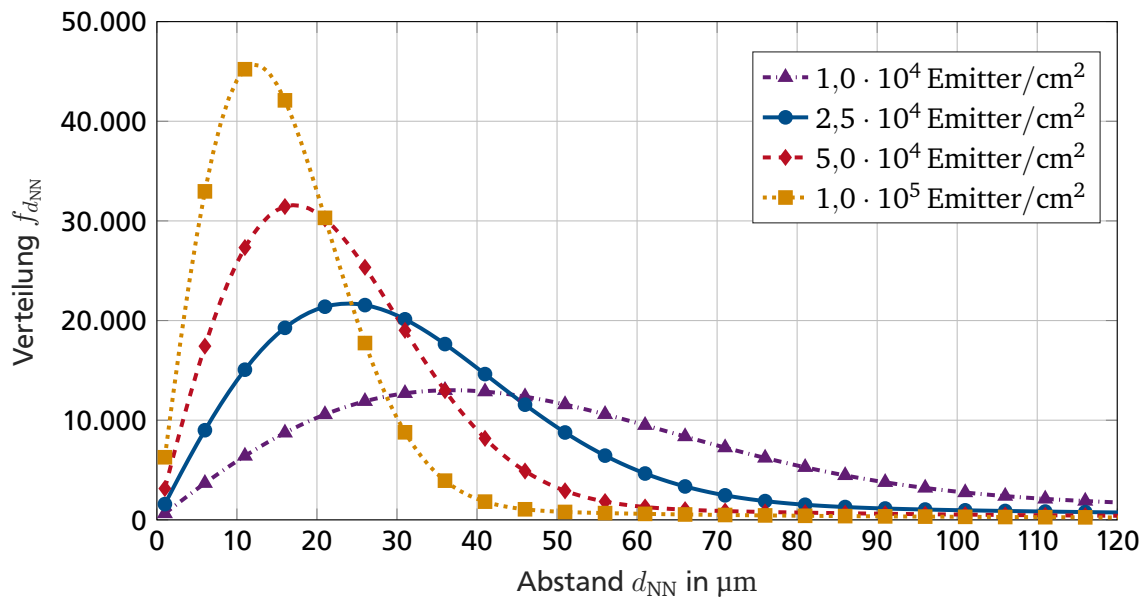
$$f_{d_{\text{NN}}}(r_{\text{C}}, n) = \frac{d}{dd} P(d_{\text{NN}} \leq d) \quad (\text{A.30})$$

$$= -2 \cdot \left(\frac{r_{\text{C}}^2 - d^2}{r_{\text{C}}^2} \right)^{n-2} \cdot \frac{r_{\text{C}} - d}{r_{\text{C}}^4} \cdot [(n-1) \cdot d \cdot (r_{\text{C}} - d) + (r_{\text{C}}^2 - d^2)]$$

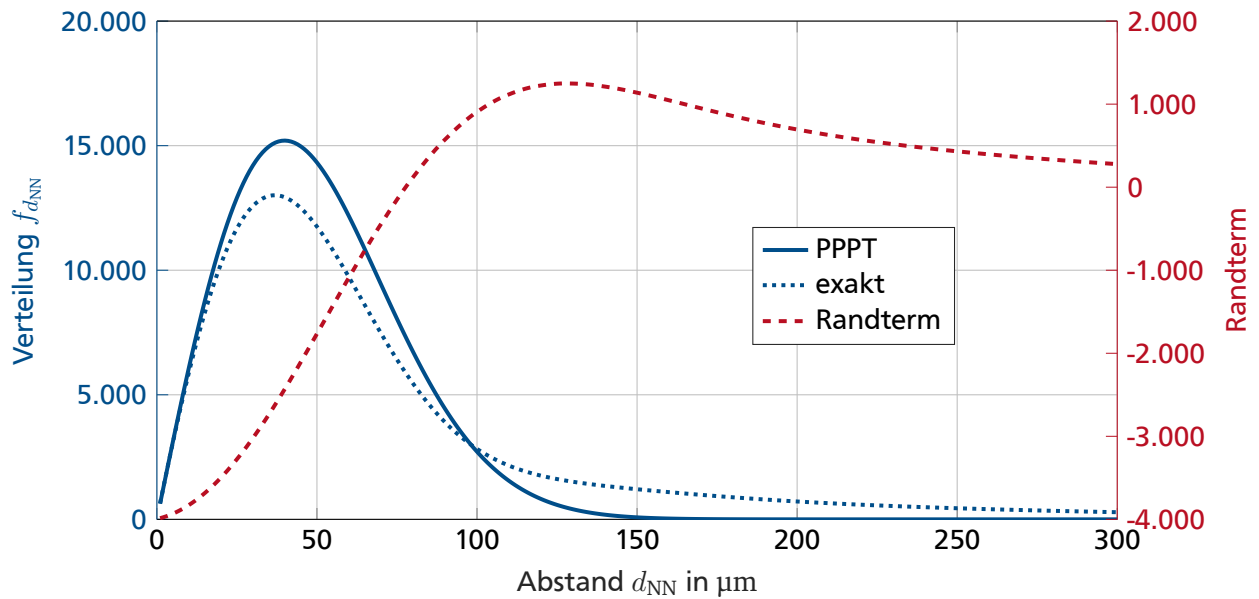
$$- \frac{d}{dd} \frac{2\pi}{A_{\text{C}}^n} \cdot \int_{r_{\text{C}}-d}^{r_{\text{C}}} (A_{\text{C}} - A_{\text{com}})^{n-1} r \, dr. \quad (\text{A.31})$$

In Abbildung A.7 (a) ist die Verteilung der Abstände zu den jeweils nächstgelegenen Emittern für verschiedene Emitterdichten dargestellt. Im Vergleich zur PPPT lässt sich eine Verschiebung von niedrigeren hin zu höheren Abständen beobachten. Dieser Effekt ist repräsentativ in Abbildung A.7 (b) für eine Emitterdichte von $1 \cdot 10^4$ Emitter/cm² bei einem Kathodenradius r_{C} von 500 μm gezeigt. Im Grenzfall für sehr große bzw. unendlich große Kathodenflächen geht die Verteilung gemäß Gleichung (A.31) in die von der PPPT vorhergesagten Verteilung über. Dies wurde ebenfalls im Rahmen der Masterarbeit von Benjamin Christa gezeigt [13].

Das mittlere spacing lässt sich mit der gleichen Integration wie in der bereits bekannten Formel 5.13 bestimmen.



(a) Verlauf der Verteilung $f_{d_{NN}}$ für verschiedene Emitterdichten bei einer angenommenen Kathodenfläche von $500 \mu\text{m}$.



(b) Exemplarischer Vergleich der exakten Verteilung $f_{d_{NN}}$ zur von der PPPT vorhergesagten Verteilung und insbesondere der Verlauf des Randterms.

Abbildung A.7.: Resultate für die exakte Verteilung $f_{d_{NN}}$ der Abstände d_{NN} zum nächstgelegenen Emitter in einem zufällig verteilten LAPE. In (b) ist ein Vergleich mit den Resultaten basierend auf der PPPT für eine Emitterdichte von $1 \cdot 10^4$ Emitter/ cm^2 bei einem Radius r_C von $500 \mu\text{m}$ der kreisförmigen Kathodenfläche gezeigt.

A.7. Transparenzberechnung für verschiedene Gittertypen

Im Folgenden sollen die Transparenzen für die in Abbildung A.8 gezeigten Gitter berechnet werden. Es gilt dabei zu beachten, dass die Stegbreite d_W technologisch limitiert ist und damit auch die Herstellung beispielsweise von Gittern mit kreisförmigen Löchern entscheidend beeinflusst. Die Gitterkonstante bzw. Gitterperiodizität d_G wird so gewählt, dass sich anhand dieser Länge das Gitter in eine bestimmte Richtung reproduziert lässt.

Für die Transparenz T_{quad} eines quadratischen Gitters gilt

$$\begin{aligned}\text{Gesamtfläche} \quad A_{\text{ges}} &= d_G^2 \\ \text{Freie Fläche} \quad A_o &= (d_G - d_W)^2 \\ \Rightarrow T_{\text{quad}} &= \frac{A_o}{A_{\text{ges}}} = \frac{(d_G - d_W)^2}{d_G^2}.\end{aligned}$$

Analog gilt für hexagonale Gitter

$$\begin{aligned}A_{\text{ges}} &= \frac{\sqrt{3}}{2} d_G^2 \\ A_o &= \frac{\sqrt{3}}{2} (d_G - d_W)^2 \\ \Rightarrow T_{\text{hex}} &= \frac{A_o}{A_{\text{ges}}} = \frac{(d_G - d_W)^2}{d_G^2} = T_{\text{quad}}.\end{aligned}$$

Folglich ist die Transparenz bei den gegebenen Definitionen der Stegbreite und der Gitterperiodizität von quadratischen und hexagonalen Gittern gleich.

Wird bei Gittern kreisförmigen Löchern eine hexagonale Grundstruktur angenommen, so entspricht diese der dichtesten Packung von Kreisen. Analog folgt für die Transparenz T_{circ}

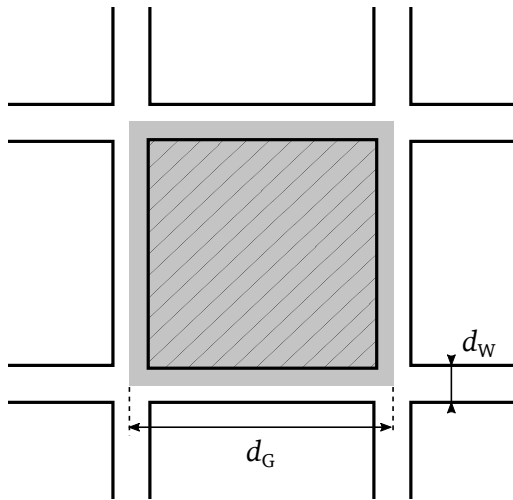
$$\begin{aligned}A_{\text{ges}} &= \frac{\sqrt{3}}{2} d_G^2 \\ A_o &= \frac{\pi}{4} (d_G - d_W)^2 \\ \Rightarrow T_{\text{circ}} &= \frac{A_o}{A_{\text{ges}}} = \frac{\pi}{\sqrt{3}} \cdot \frac{(d_G - d_W)^2}{d_G^2} \approx 0,9 \cdot \frac{(d_G - d_W)^2}{d_G^2} = 0,9 \cdot T_{\text{quad}}\end{aligned}$$

Somit liegt diese unterhalb der Transparenz von quadratischen und hexagonalen Gittern.

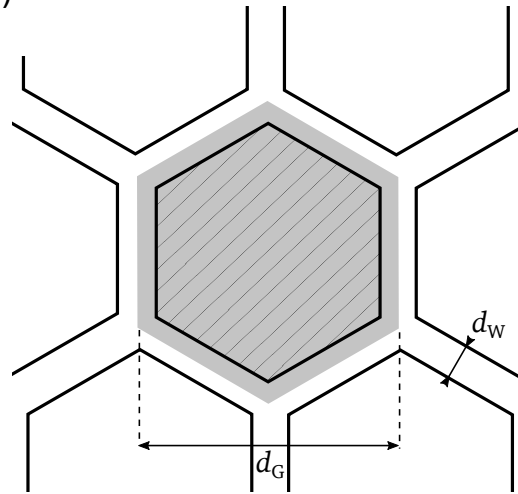
Gleiches gilt für die Transparenz eines hexagonalen Gitters mit dreieckigen Öffnungen, gemäß

$$\begin{aligned}A_{\text{ges}} &= \frac{\sqrt{3}}{4} d_G^2 \\ A_o &= \frac{\sqrt{3}}{4} (d_G - d'_W)^2 \\ \text{mit } d'_W &= \frac{d_W}{\cos(30^\circ)} = \frac{2 \cdot d_W}{\sqrt{3}} \\ \Rightarrow T_{\text{tri}} &= \frac{A_o}{A_{\text{ges}}} = \frac{(d_G - d'_W)^2}{d_G^2} < \frac{(d_G - d_W)^2}{d_G^2} = T_{\text{quad}}.\end{aligned}$$

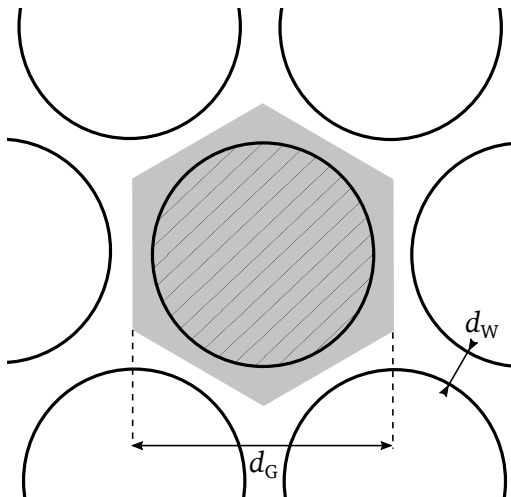
(a)



(b)



(c)



(d)

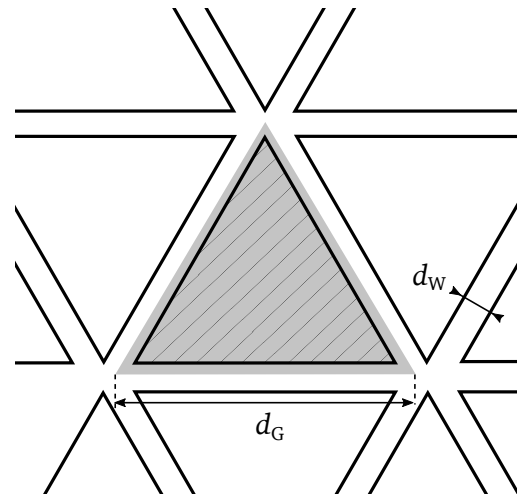


Abbildung A.8.: Bemaßung für (a) quadratische Gitter, (b) hexagonale Gitter, (c) hexagonale Gitter mit kreisförmigen Öffnungen und (d) hexagonale Gitter mit dreieckigen Öffnungen zur Berechnung der Transparenzen der jeweiligen Gitterarten.

A.8. Auslegung und Fertigung von Extraktionsgittern

Für die Fertigung miniaturisierter FE-basierter Vakuumelektronenquellen wurden verschiedene Fertigungs- und Verbindungstechniken zur Integration von Extraktionsgittern untersucht. Dies beinhaltet die Verbindung von TEM-Netzchen aus Nickel mit Edelstahlhaltern und Wolfram-Geweben mit Kovarhaltern mittels Laserschweißen. Außerdem wurde die photolithografische Fertigung von Gittern aus Si_3N_4 auf einem Si-Substrat ins Auge gefasst. In den nachfolgenden Abschnitten werden die jeweiligen Ergebnisse aus den Versuchen zu diesen Fertigungs- und Verbindungstechniken vorgestellt und diskutiert.

A.8.1. Laserschweißen von TEM-Netzchen

Mit Hilfe der Mechanischen Werkstatt des Fachbereichs etit an der Technischen Universität Darmstadt wurde neben dem Laserschweißen von Wolfram-Gewebe auf Kovarhaltern auch das Laserschweißen von TEM-Netzchen aus Nickel auf Edelstahlhaltern erprobt. Dabei war in beiden Fällen eine Schraubverbindung des Gitterhalters mit den anderen Komponenten angedacht, wie in Abbildung A.9 skizziert.

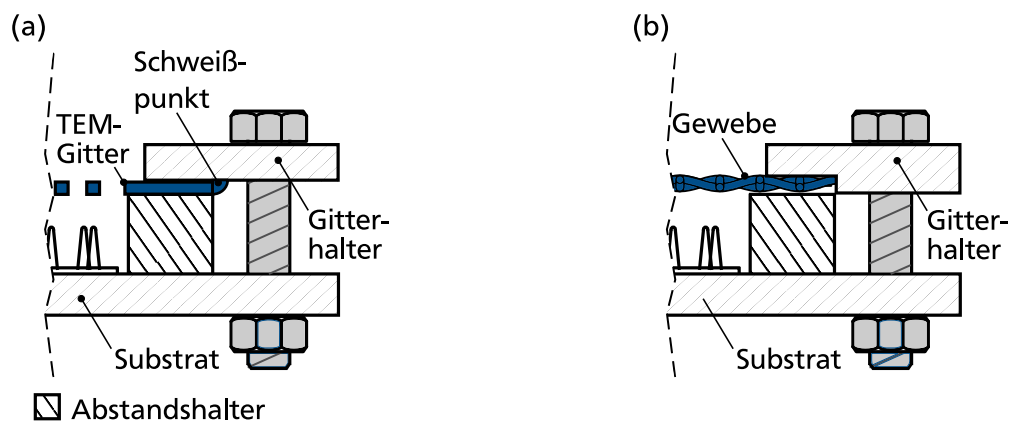


Abbildung A.9.: Skizzen zum Einbau von lasergeschweißten Extraktionsgittern. Aufbau mit lasergeschweißtem TEM-Netzchen auf Edelstahlhaltern (a) und mit Wolfram-Gewebe auf Kovarhaltern (b).

Die Netzchen wurden von der Fa. Plano bezogen und auf von der Werkstatt hergestellten Probehaltern positioniert. Jedoch zeigte sich, dass bereits kleinste Spalte zwischen Netzchen und Edelstahlsubstrat beim Laserschweißen dazu führten, dass das Gitter aufschmolz, sich aber nicht mit dem Substrat verband, wie in Abbildung. In Abbildung A.10 Mikroskopaufnahmen der Gitter und exemplarischer Schweißpunkte zu sehen. Die gelungenen Schweißpunkte waren äußerst fragil und darum wurde dieser Ansatz als ungeeignet befunden.

A.8.2. Auslegung von Silizium-basierten Extraktionsgittern

Die Fertigung von Si-basierten Extraktionsgittern ist je nach beabsichtigter Verbindungstechnik in zwei Fällen zu unterscheiden. Im Gegensatz zur Integration mithilfe einer Schraubverbindung ist beim anodischen Bonden zum einen eine Kontaktfläche aus Silizium sicherzustellen und zum anderen das Gitter in einer Vertiefung des Bulk-Siliziums zu fertigen. Dies macht die Fertigung von Gittern für das anodische Bonden

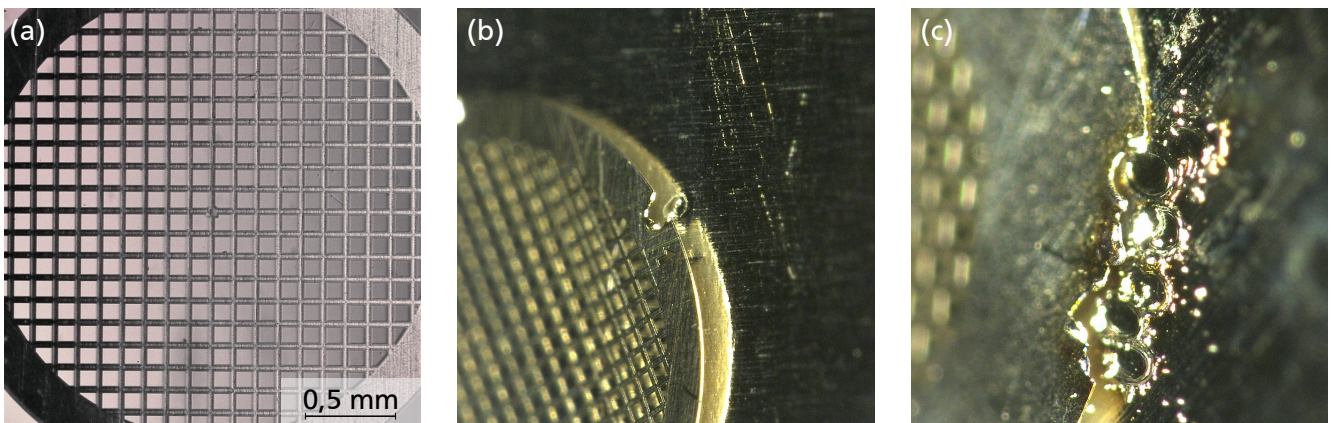


Abbildung A.10.: Aufnahmen der TEM-Netzchen und beispielhafte, defekte Schweißpunkte an Edelstahlhalter.

komplexer. Aus diesem Grund wurde zuerst mit der Fertigung von Gittern für Schraubverbindungen begonnen.

In Abbildung A.11 ist der im Rahmen dieser Arbeit verfolgte Prozessablauf zu sehen. Der grundlegende Gedanke bei dem zugrundeliegenden Prozess ist die Strukturierung einer Si_3N_4 -Schicht (SiN) auf einer Seite eines Siliziumwafers und der anschließenden Freilegung der Gitter mittels KOH-Ätzung, bei welcher das Bulk-Silizium komplett durchätzt wird. Dafür ist der Silizium-Wafer beidseitig zu prozessieren, d.h. insbesondere auch beide Seiten aufeinander ausgerichtet zu belichten, was ebenfalls eine technologische Herausforderung darstellt. Für diesen Prozess werden beidseitig polierte und mittels PECVD mit 500 nm SiN (low-stress) versehene, p-dotierte (100)-Siliziumwafer mit der handelsüblichen Dicke von $525\text{ }\mu\text{m}$ verwendet. Die Ausrichtung der vorder- und rückseitigen Photolithografiemasken ist anhand der beiden an den Wafern versehenen Flats möglich.

Bei der Auslegung der Photolithografiemasken gilt es die Ätzeigenschaften von Silizium zu berücksichtigen. Bei (100)-Siliziumwafern, d.h. Wafern, deren Oberfläche mit der (100)-Kristallebene des Siliziumkristallstruktur übereinstimmt, ist Ätzgeschwindigkeit orthogonal zu den (110)-Kristallebenen um einen Faktor 400 bis 600 langsamer als die Ätzgeschwindigkeit orthogonal zu den (100)-Kristallebenen [219]. Dies resultiert in einer anisotropen Ätzung und der Bildung pyramidenstumpftartiger bzw. v-förmiger Gräben. Der Winkel zwischen der Waferoberfläche und den schrägen Grabenflächen beträgt stets $\alpha = 54,7^\circ$. Um das Bulk-Silizium durchzuätzen, ist die rückseitige Ätzmaskierung des Wafers durch eine SiN-Schicht folglich mit einer entsprechend größeren Freifläche zu versehen. Bei Verwendung von Siliziumwafern mit einer Dicke von $525\text{ }\mu\text{m}$ zur Herstellung von Gittern mit einer Gesamtgröße von $3\text{ mm}^2 \times 3\text{ mm}^2$ beträgt die Kantenlänge der rückseitigen, quadratischen Freifläche in der SiN-Schicht 3,74 mm. Diese Strukturierung der Rückseite entspricht den Prozessschritten (c) und (d) in Abbildung A.11. Als Ätzmaskierung wird Photolack map-1215 mit einer Dicke von circa $3\text{ }\mu\text{m}$ verwendet. Dankenswerterweise durfte eine RIE-Anlage am Institut für Mikrowellentechnik und Photonik (IMP) verwendet werden.

Für die Strukturierung der SiN-Schicht zu einem Gitter empfiehlt sich aufgrund der geringen Strukturgrößen die Nutzung einer Metallschicht als Ätzmaskierung für die nachfolgende Übertragung auf das SiN mittels RIE. Lackstrukturen werden beim RIE im Vergleich zum Metall stärker abgetragen, so dass Lackschichten mit der für die Gittergeometrie benötigten geringen Dicke dem RIE-Ätzprozess nicht standhalten würden. Darum werden anfänglich die Wafer mit einer 100 nm-dicken Chrom-Schicht bedampft, siehe Schritt (b), welche anschließend nasschemisch strukturiert wird. Da der am Fachgebiet M+EMS bestehende Belichter

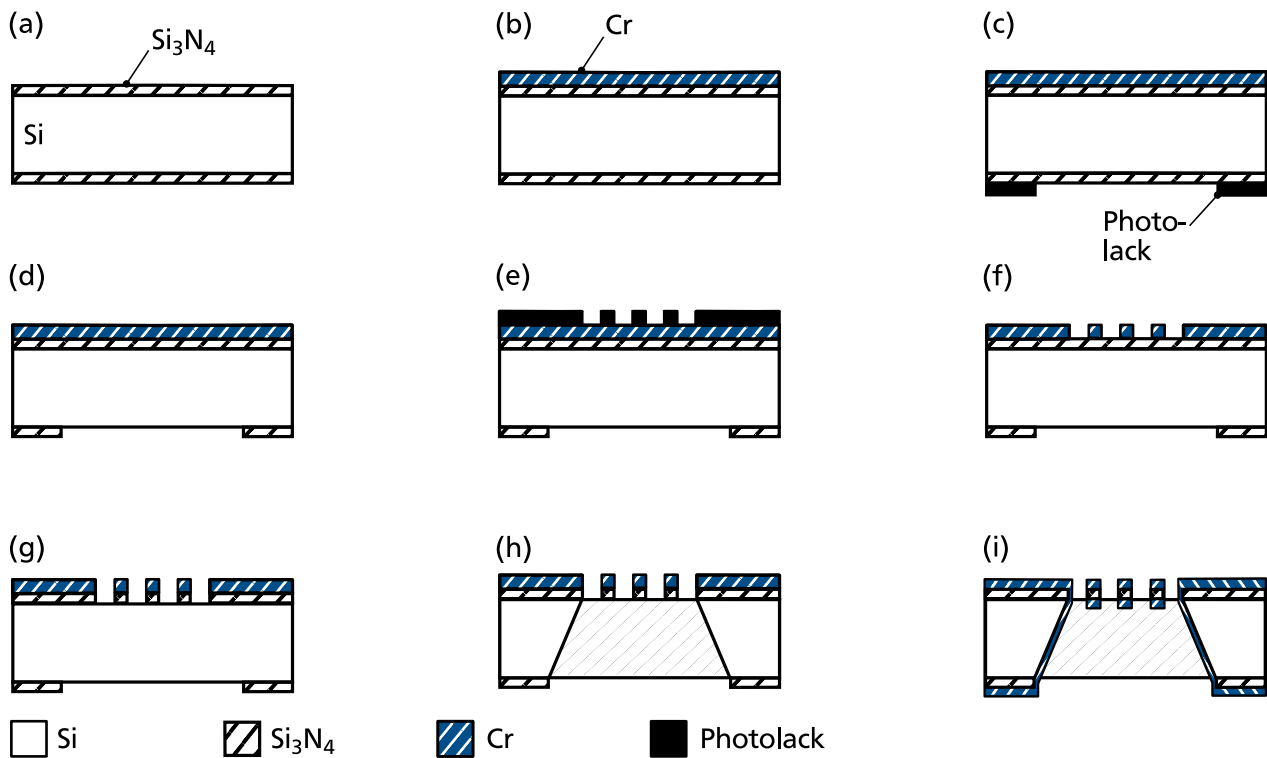


Abbildung A.11.: Prozessschritte zur Herstellung von Extraktionsgittern aus Siliziumnitrid. (a) Ein beidseitig polierter und mittels PECVD mit Siliziumnitrid, Si_3N_4 bzw. kurz SiN, beschichteter Si-Wafer bildet die Grundlage des Prozesses. (b) Auf die Vorderseite wird mittels Aufdampfen eine Schicht aus 100 nm Chrom (Cr) aufgebracht. Diese dient als Ätzmaskierung des Gitters. (c) Auf der Rückseite wird der Wafer mit dem Photoresist map-1215 von micro resist technology belackt. Der Lack wird anschließend photolithografisch strukturiert. (d) Mittels Reactive Ion Etching (RIE) wird die SiN-Schicht auf der Rückseite auf den nicht vom Lack bedeckten Flächen trocken geätzt. Der Lack wird nach diesem Schritt nasschemisch entfernt. (e) Im nächsten Schritt wird die Cr-Schicht mit dem Photoresist AZ1505 belackt, welche anschließend photolithografisch strukturiert wird. (f) und (g) Durch nasschemisches Ätzen wird die Gitterstruktur des Photoresists zunächst auf die Cr-Schicht und danach mittels RIE wiederum auf die SiN-Schicht übertragen. (h) Durch nasschemische KOH-Ätzung wird das Gitter freigelegt, wobei die Ätzung zuerst einseitig, von der Rückseite beginnend, durchgeführt wird. Die Ätzung wird unterbrochen, sobald das Bulk-Silizium eine Dicke im Bereich von $50\text{ }\mu\text{m}$ hat. Dies schützt die Gitter bei der anschließenden Vereinzelung des Wafers mit einer Wafersäge. Die KOH-Ätzung wird dann an den einzelnen Gittern zu Ende geführt. (i) Um die Gitter vollständig zu metallisieren und so elektrisch kontaktieren zu können, werden diese ebenfalls noch rückseitig mit Chrom beschichtet.

Strukturen in einer Größe von wenigen μm nicht mehr auflösen kann, geschieht die Strukturierung eines geeigneten Photolacks mittels Direct Laser Writing (DLW) durch einen Belichter der Fa. Heidelberg Instruments, welcher im Detektorlabor des GSI Helmholtzzentrums zur Verfügung steht, siehe Schritt (e). Dazu wird der dort standardmäßig verwendete Photoresist AZ1505 verwendet. Dies ermöglicht, Gitterstrukturen im Photolack mit Stegbreiten von $4\text{ }\mu\text{m}$ und eine Gitterperiodizität von $20\text{ }\mu\text{m}$ zu erzeugen, welche in Abbildung A.12 zu sehen sind.

Im nächsten Schritt wird die Chromschicht durch nasschemisches Ätzen mit TechniEtch Cr01 für 1 min im Ultraschallbad strukturiert, siehe Schritt (f). Die Gitterstrukturen können mittels RIE auf die SiN-

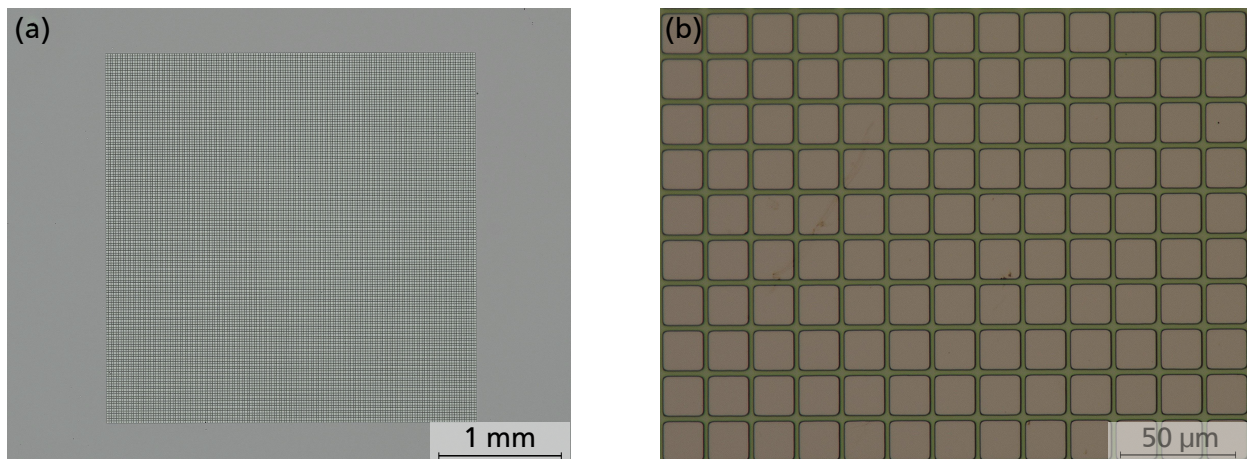


Abbildung A.12.: Mikroskopaufnahmen der zu einem Gitter strukturierten AZ1505-Lackschicht. (a) Übersicht über ein gesamtes Gitter. (b) Detailaufnahme.

Schicht übertragen werden, wie in Schritt (g) zu sehen ist. Das Freilegen der Gitter geschieht in zwei Schritten in Schritt (h). Zunächst werden die Wafer durch einseitige nasschemische Ätzung mit 20%-iger KOH-Lösung (Kalilauge) rückseitig vorgeätzt. Dabei entstehen pyramidenstumpf-förmige Ätzgräben, bis das Bulk-Silizium unterhalb der Gitterstrukturen auf eine Dicke von circa 50 µm dezimiert ist. Diese Siliziumschicht dient zur mechanischen Stabilisierung während des Sägeprozesses, mit welchem die Gitter aus dem Wafer geschnitten werden. Danach können die Gitter durch eine weitere KOH-Ätzung vollständig freigelegt werden. Zur abschließenden oberflächlichen Metallisierung werden sie rückseitig ebenfalls noch mit 100 nm Chrom beschichtet, siehe Schritt (i).

Ein auf diese Weise gefertigtes Gitter ist in Abbildung A.13 dargestellt. Ein Einbau solcher Gitter und eine Charakterisierung in Kombination mit passenden Feldemitterkathoden steht zum Zeitpunkt der Abgabe dieser Arbeit noch aus.

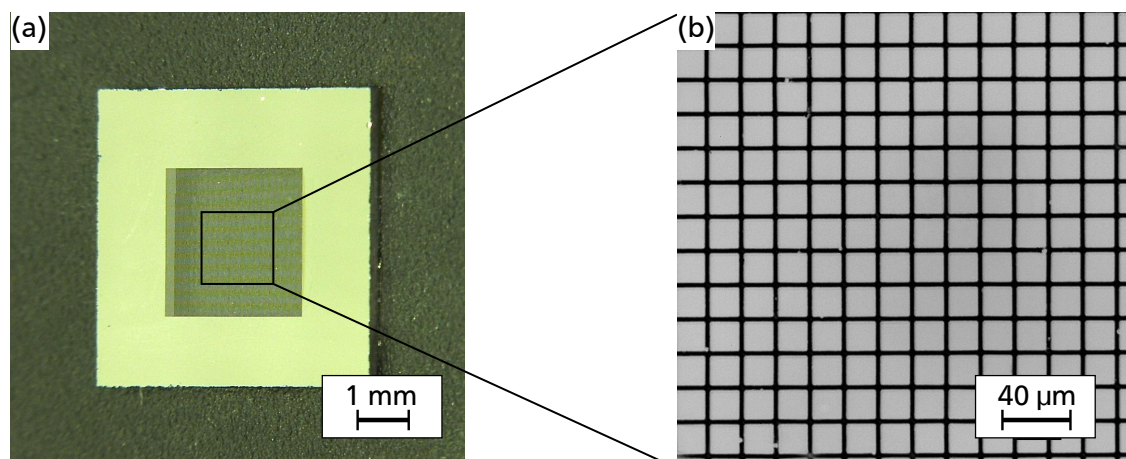


Abbildung A.13.: Mikroskopaufnahmen eines Mikrogitters, welches mit dem in Abbildung A.11 präsentierten Herstellungsprozess gefertigt wurde. (a) Übersicht über ein gesamtes Gitter. (b) Detailaufnahme.

A.9. Messung der Dickenverteilung von Mica-Plättchen

Da die zur Fertigung von Abstandshaltern dienenden Mica-Plättchen starke Dickenschwankungen aufwiesen, machte dies eine Sortierung vor der Laserstrukturierung notwendig.

Im Detektorlabor des IKP steht ein Messaufbau zur Verfügung, mit welchem die Dicke berührungslos gemessen werden konnte. Der Messaufbau besteht aus zwei Chromatisch-Konfokalsensoren der Fa. Precitec, welche sich entlang einer Fokusachse gegenüberstehen, wie in Abbildung A.14 gezeigt. Wird nun eine Probe, wie beispielsweise ein Mica-Plättchen, in diese Fokusachse gebracht, so kann die Dicke des Plättchens, nach vorheriger Kalibrierung mit einem Eichtarget bekannter Dicke, aus den jeweiligen gemessenen Abständen der Sensoren zu dem Plättchen ermittelt werden.

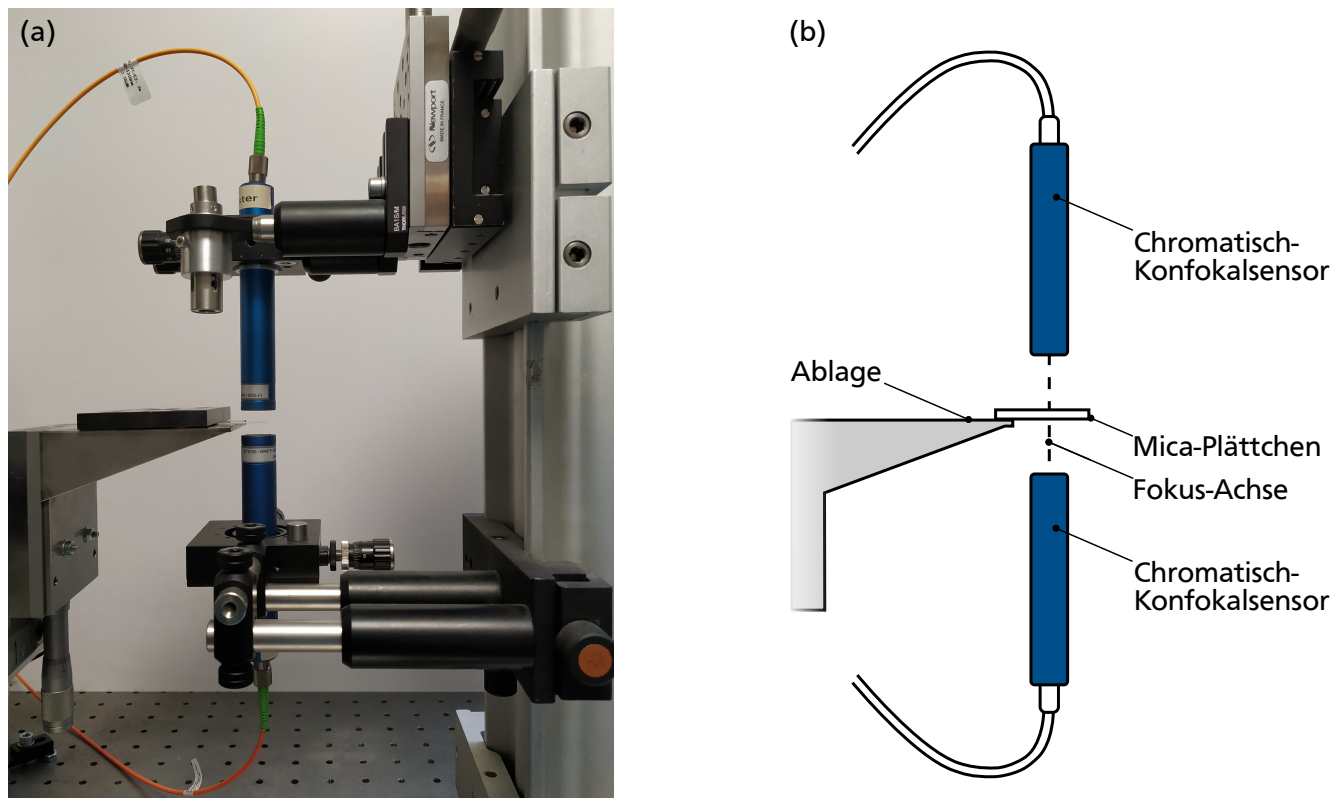


Abbildung A.14.: Foto (a) und schematische Darstellung (b) des im Detektorlabor des IKP zur Verfügung stehenden Versuchsaufbaus zur Dickenmessung von dünnen Objekten mit zwei Chromatisch-Konfokalsensoren.

In Abbildung A.15 ist die ermittelte Dickenverteilung in Form eines Histogramm festgehalten.

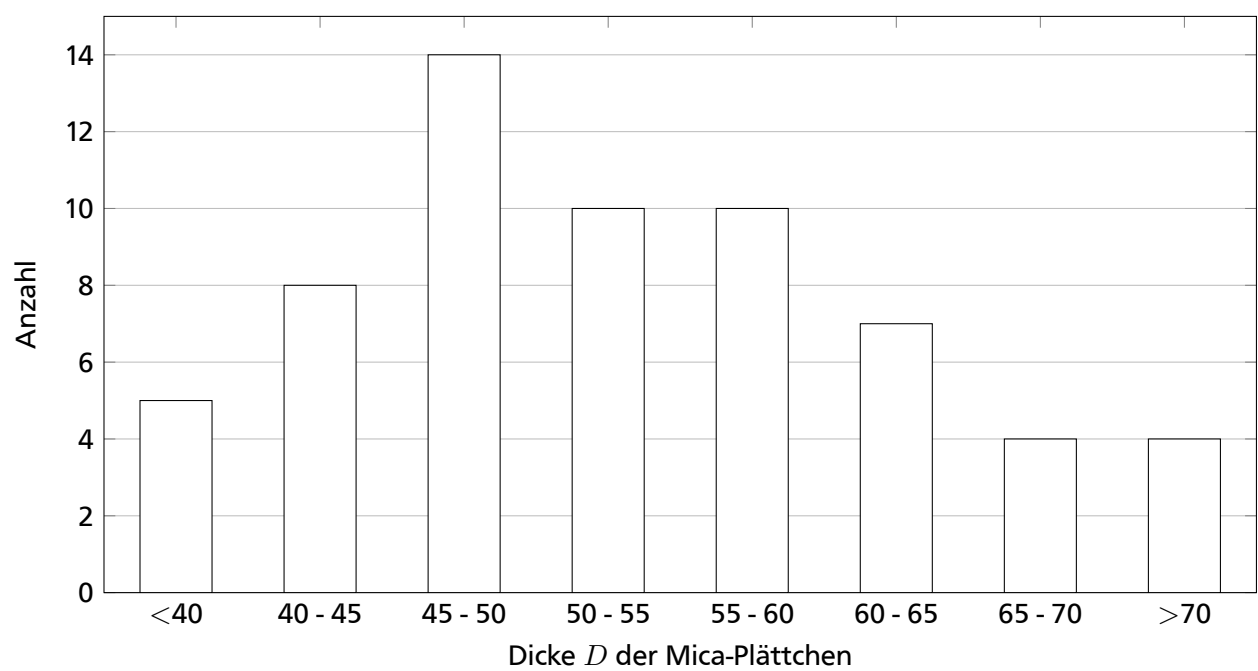
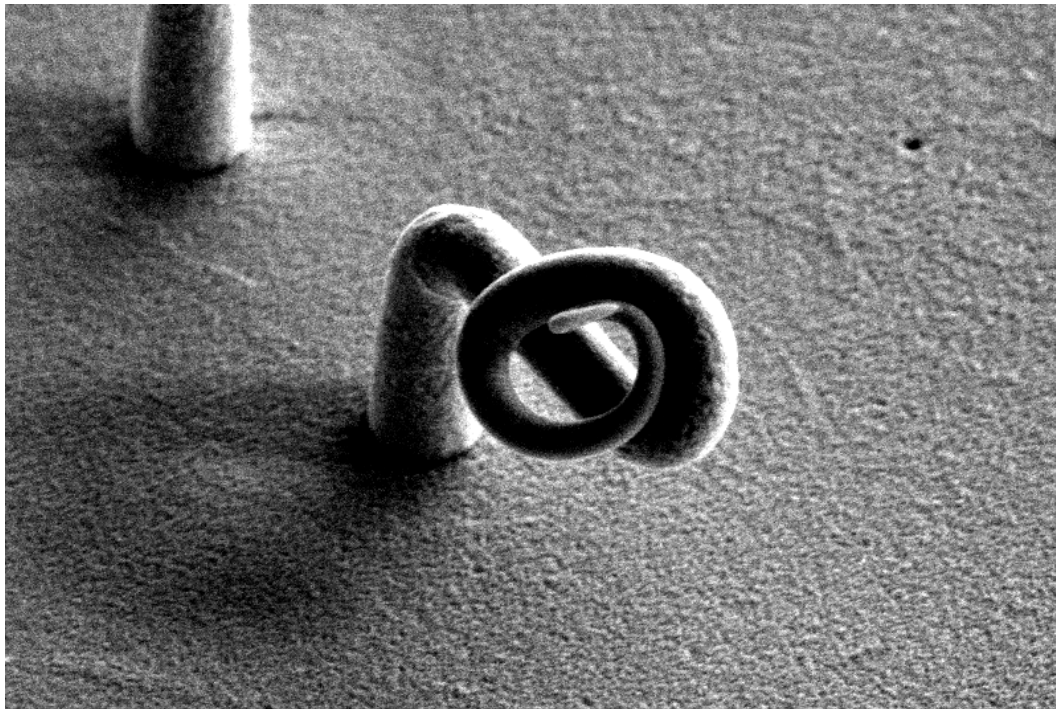


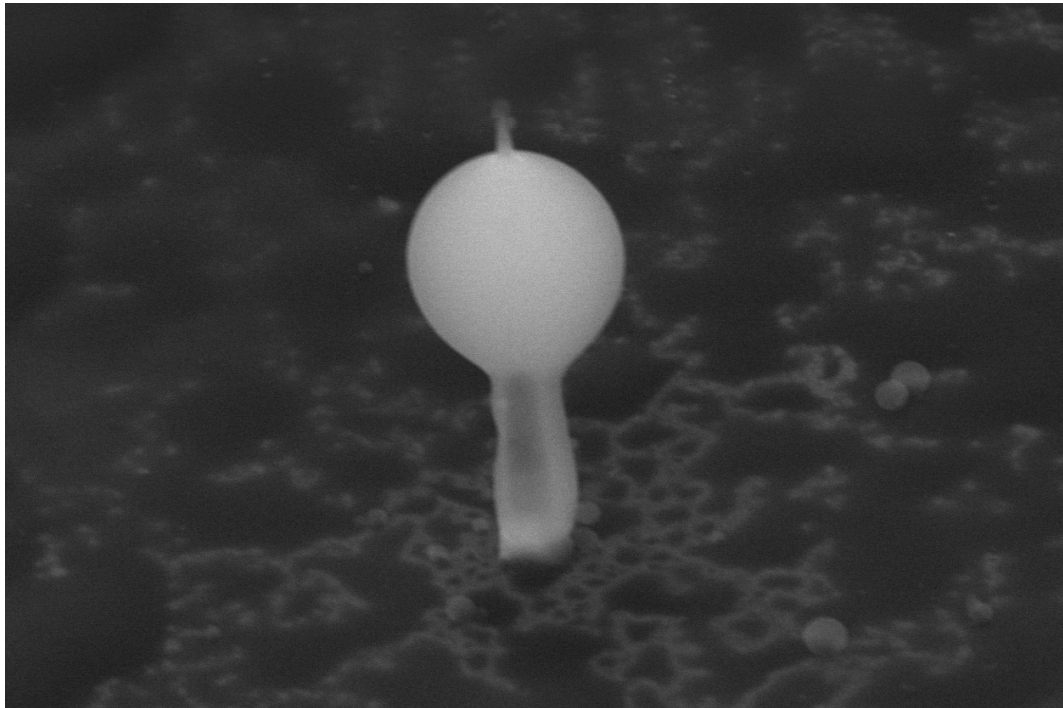
Abbildung A.15: Histogramm mit der Dickenverteilung der unbehandelten Mica-Plättchen mit einer nominalen Dicke von $50\text{ }\mu\text{m}$.

A.10. Konische Kunst

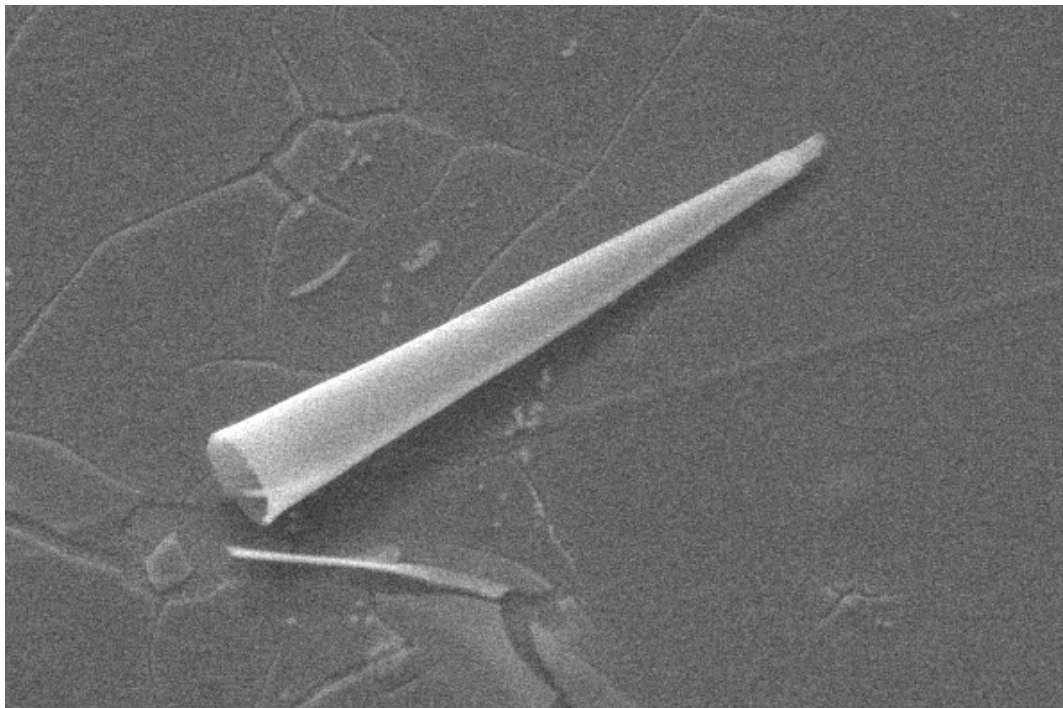
Da der Autor dieser Dissertation ebenso wie andere Forscherinnen und Forscher, beispielsweise J. F. Scott [220], der Meinung ist, dass man Forschung stets mit einer Prise Humor präsentieren und betrachten sollte, möchte er dem geneigten Leser die folgenden REM-Aufnahmen nicht verwehren. Diese zeigen, dass Forschung auch künstlerisch wertvoll ist und einen stets aufs Neue überraschen kann, solange man genau genug hinsieht.



Brezel



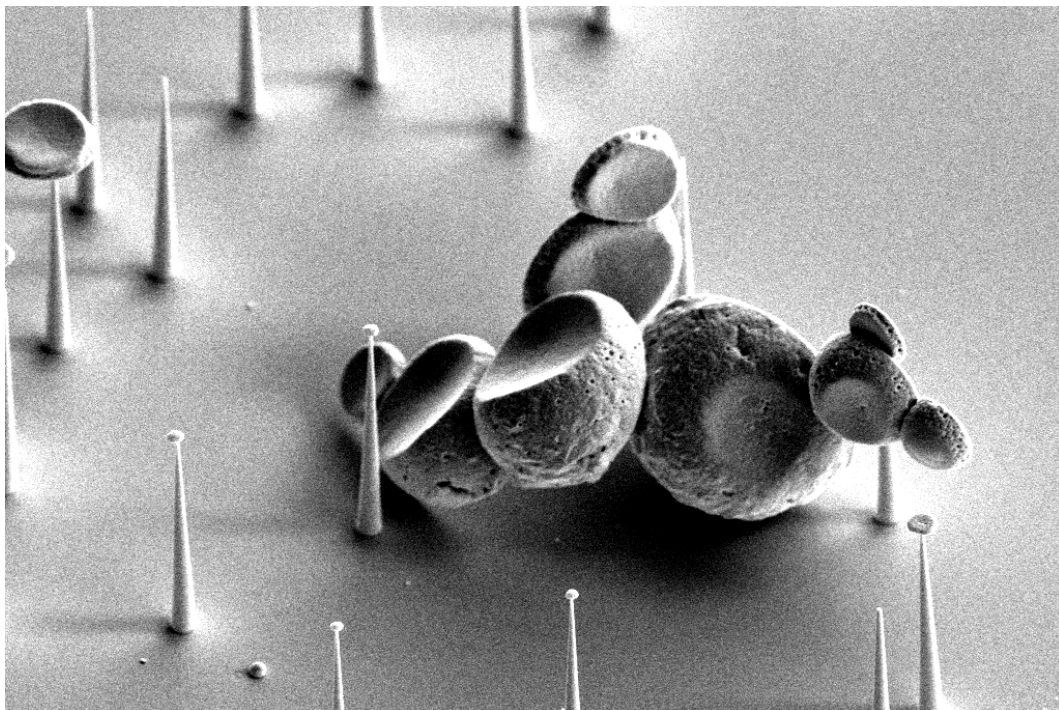
Stilleben - Olive auf Zahnstocher



Hörnchen ohne Eis



Versammlung des KKK - alle hohl



Micky Maus